



**Mutu dan metode uji minyak nabati murni untuk
bahan bakar motor diesel putaran sedang**





© BSN 2015

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Daftar tabel	ii
Daftar gambar.....	iii
Prakata	iv
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah definisi	1
4 Syarat mutu	3
5 Pengambilan percontoh.....	3
6 Metode uji	4
7 Syarat lulus uji	4
8 Pengemasan.....	4
9 Metode-metode uji	4
9.1 Angka asam	4
9.2 Kadar fosfor.....	6
9.3 Kadar air dan sedimen	10
9.4 Kadar air metode oven	11
9.5 Kadar sedimen (pengotor).....	12
9.6 Kadar bahan tak tersabunkan	13
9.7 Viskositas kinematik pada 50 °C	14
9.8 Kadar abu tersulfatkan	16
9.9 Angka penyabunan	18
9.10 Angka iodium.....	20
9.11 Titik nyala (mangkok tertutup)	24
9.12 Residu karbon	26
9.13 Massa jenis pada 50 °C.....	28
9.14 Metode penentuan angka setana.....	31
9.15 Kadar belerang.....	39
Bibliografi	42

Daftar tabel

Tabel 1 - Syarat mutu minyak nabati murni	3
Tabel 2 - Metode uji mutu minyak nabati murni	4
Tabel 3 - Data kecepatan rotasi <i>centrifuge</i> dan diameter <i>swing</i>	11
Tabel 4 - Acuan pengambilan percontoh	27
Tabel 5 - Tabel repitibilitas dan reproduibilitas untuk ID dan DCN	39



Daftar gambar

Gambar 1 - Reaksi-reaksi pada penentuan angka penyabunan	18
Gambar 2 - Pembacaan skala hidrometer untuk cairan tembus cahaya	29
Gambar 3 - Pembacaan skala hidrometer untuk cairan tidak tembus cahaya	30
Gambar 4 - Pembacaan <i>handwheel</i> A percontoh dan bahan bakar pembanding	35
Gambar 5 - Pembacaan <i>handwheel</i> B percontoh dan bahan bakar pembanding	35
Gambar 6 - Pembacaan <i>handwheel</i> rata-rata	36
Gambar 7 - Unit <i>combustion analyzer</i>	38



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 7431:2015, *Mutu dan metode uji minyak nabati murni untuk bahan bakar motor diesel putaran sedang* merupakan revisi dari standar SNI 7431:2008 dengan judul yang sama. SNI ini disusun dengan maksud untuk menetapkan persyaratan mutu dan metode uji minyak nabati murni yang akan digunakan dalam bentuk campuran dengan solar. Revisi meliputi persyaratan mutu angka asam, kadar air dan sedimen, kadar residu karbon dan massa jenis pada 50°C.

SNI ini disusun oleh Komite Teknis 27-04 Bioenergi, melalui tahapan-tahapan baku tata cara perumusan SNI, terakhir dibahas dalam Forum Konsensus pada Tanggal 22 Desember 2014 yang dihadiri oleh anggota Komite Teknis perwakilan dari produsen, konsumen, pakar, pemerintah dan pihak lain yang terkait.



Mutu dan metode uji minyak nabati murni untuk bahan bakar motor diesel putaran sedang

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan persyaratan mutu dan metode uji minyak nabati murni yang akan digunakan dalam bentuk campuran dengan solar sampai maksimum 50%-volume untuk bahan bakar motor diesel non otomotif dengan putaran sampai dengan 1 500 rpm, berbeban konstan dan telah diadaptasikan. Adaptasi motor diesel dapat dilakukan antara lain dengan penambahan pemanas agar saluran bahan bakar bertemperatur (60-70) °C.

Standar ini meliputi ruang lingkup, istilah dan definisi, penggolongan, syarat mutu, cara pengambilan percontoh, cara uji, syarat lulus uji, syarat penandaan, pengemasan dan rekomendasi yang memenuhi persyaratan spesifikasi yang diterbitkan oleh instansi yang berwenang.

2 Acuan normatif

SNI 0429, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat*

3 Istilah definisi

3.1

angka asam

jumlah miligram KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam-asam bebas di dalam satu (1) gram percontoh minyak nabati murni.

3.2

angka iodium

ukuran empirik banyaknya ikatan rangkap (dua) di dalam (asam-asam lemak penyusun) minyak nabati murni dan dinyatakan dalam sentigram iodium yang diabsorpsi per gram percontoh minyak nabati murni (%-massa iodium terabsorpsi).

3.3

angka penyabunan

banyaknya miligram KOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan satu (1) gram percontoh minyak nabati murni

3.4

angka setana

angka setana menunjukkan kemampuan bahan bakar untuk segera terbakar atau menyala sendiri di ruang pembakaran motor bakar berpenyalan kompresi (*compression-ignition engine*). Setana normal ($n\text{-C}_{16}\text{H}_{34}$) yang diberi angka setana 100 dan $\alpha\text{-methyl naphtalene}$ ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{CH}_3$) diberi angka setana 0 adalah bahan bakar standar pengukuran. Angka setana yang tinggi menunjukkan bahwa bahan bakar dapat menyala pada temperatur yang relatif rendah (cepat menyala), sebaliknya angka setana yang rendah menunjukkan bahan bakar baru dapat menyala pada temperatur tinggi (lambat menyala).

3.5**bahan tak tersabunkan**

senyawa-senyawa pengotor minyak nabati yang tidak bereaksi (tersabunkan) ketika minyak direaksikan dengan basa kuat (reaksi penyabunan). Bahan tak tersabunkan umumnya meliputi pewarna (pigmen), golongan sterol, fosfatida, alkohol suhu tinggi dan hidrokarbon

3.6**deasidifikasi**

proses pemurnian minyak nabati dari asam lemak bebas. Deasidifikasi bisa dilakukan melalui penggunaan bahan kimia bersifat basa sehingga asam lemak bebas bereaksi membentuk sabun yang larut dalam air pencuci atau melalui pendistilasian asam lemak bebas pada kondisi vakum.

3.7**degumming**

suatu proses pemurnian yang bertujuan untuk membersihkan minyak dari komponen-komponen yang akan membentuk getah (*gum*) jika terhidrasi (terutama fosfolipid)

3.8**kadar residu karbon**

kadar residu karbon menunjukkan kecenderungan bahan bakar untuk membentuk jelaga (kerak hitam) dan dinyatakan dalam %-massa. Kadar residu karbon harus rendah agar bahan bakar tak menyebabkan penumpukan residu karbon dalam ruang pembakaran.

3.9**massa jenis**

suatu angka yang menyatakan massa per satuan volume bahan bakar minyak pada temperatur tertentu dan biasanya dinyatakan dalam satuan kg/m^3 .

CATATAN Berat jenis (*specific gravity*) adalah perbandingan massa jenis minyak terhadap massa jenis air.

3.10**minyak nabati murni (Pure Plant Oil – PPO)**

minyak nabati yang telah mengalami proses degumming dan deasidifikasi

3.11**titik nyala**

suatu angka yang menyatakan suhu terendah bahan bakar minyak yang akan mengakibatkan timbulnya penyalaan api sesaat, apabila ada api melintas didekat permukaan minyak tersebut. Titik nyala atau titik kilat (*flash point*) adalah ukuran kemudahan terbakar dari suatu bahan.

3.12**viskositas**

tahanan fluida terhadap aliran; makin tinggi viskositas, makin besar pula tahanan terhadap aliran. Viskositas biasa diukur dengan menentukan waktu yang diperlukan fluida untuk mengalir karena gravitasi melalui pipa kapiler tegak berdiameter dan jarak tertentu, dan dengan faktor konversi alatnya, kemudian dinyatakan dalam satuan centistoke (cSt) atau mm^2/detik

4 Syarat mutu

Syarat mutu minyak nabati murni tertera pada Tabel 1 berikut ini :

Tabel 1 - Syarat mutu minyak nabati murni

No.	Parameter	Satuan	Nilai
1.	Angka asam	mg KOH/g	Maks. 4,0
2.	Kadar fosfor	(mg/kg)	Maks. 10
3.	Kadar air dan sedimen	%-volume	Maks. 0,1 ^a
4.	Kadar bahan tak tersabunkan	%-massa	Maks. 2.0
5.	Viskositas kinematik pada 50 °C	mm ² /s (cSt)	Maks. 36
6.	Kadar abu tersulfatkan	%-massa	Maks. 0,02
7.	Angka penyabunan	mg KOH/g	180-265
8.	Angka iodium	g-I ₂ /100 g	Maks. 115
9.	Titik nyala (mangkok tertutup)	°C	Min. 100
10.	Kadar residu karbon	%-massa	Maks. 1,0
11.	Massa jenis pada 50 °C	kg/m ³	870-910
12.	Angka setana	-	Min 39
13.	Kadar belerang	%-massa	Maks. 0,01
^a Dapat diuji terpisah dengan ketentuan kandungan sedimen maksimum 0,01 %-massa			

5 Pengambilan percontoh

Cara pengambilan percontoh sesuai dengan SNI 0429, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat.*

6 Metode uji

Metode uji mutu minyak nabati murni yang digunakan ditampilkan pada Tabel 2 berikut.

Tabel 2 - Metode uji mutu minyak nabati murni

No.	Parameter	Metode uji
1	Angka asam	lihat 9.1
2	Kadar fosfor	lihat 9.2
3	Kadar air dan sedimen	lihat 9.3, 9.4, dan 9.5
4	Kadar bahan tak tersabunkan	lihat 9.6
5	Viskositas kinematik pada 50 °C	lihat 9.7
6	Kadar abu tersulfatkan	lihat 9.8
7	Angka penyabunan	lihat 9.9
8	Angka iodium	lihat 9.10
9	Titik nyala (mangkok tertutup)	lihat 9.11
10	Kadar residu karbon	lihat 9.12
11	Massa jenis pada 50 °C	lihat 9.13
12	Angka setana	lihat 9.14
13	Kadar belerang	lihat 9.15

7 Syarat lulus uji

Percontoh uji dinyatakan lulus uji apabila memenuhi syarat mutu sesuai dengan Tabel 1.

8 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah tertutup yang tidak bereaksi terhadap isi dan aman selama pengangkutan dan penyimpanan.

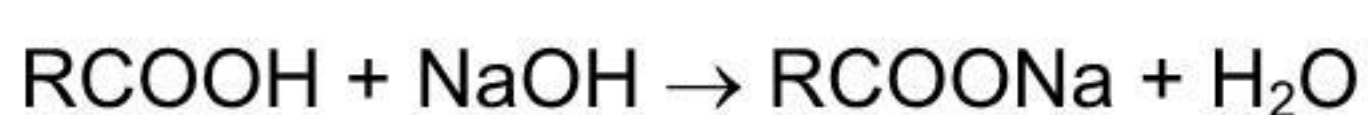
9 Metode-metode uji

9.1 Angka asam

9.1.1 Prinsip

Pelarutan contoh lemak/minyak nabati murni dalam pelarut organik tertentu (Alkohol 95% netral) dilanjutkan dengan penitraan dengan basa (NaOH atau KOH).

9.1.2 Reaksi



9.1.3 Pereaksi

9.1.3.1 Larutan alkohol 95% Netral

9.1.3.1.1 Masukkan alkohol 95% sebanyak yang diperlukan ke dalam Erlenmeyer, bubuhi beberapa tetes indikator fenolftalein kemudian titrasi dengan larutan standar NaOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah muda.

9.1.3.2 Indikator fenolftalein (PP) 0,5%.

Larutkan 0,5 gram fenolftalein dalam 100 ml etanol 95%.

9.1.3.3 Larutan standar NaOH 0,1 N

9.1.3.3.1 Pembuatan larutan NaOH 50% (larutan Sorensen)

Larutkan 100 gram NaOH dalam air suling bebas CO₂ sebanyak 100 ml.

9.1.3.3.2 Pembuatan standar NaOH 0,1 N

Larutkan 5,26 ml NaOH 50% (19 N) ke dalam labu ukur 1 000 ml dan ditera sampai tanda garis dengan air suling bebas CO₂. Tetapkan normalitas larutan tersebut.

9.1.4 Peralatan

9.1.4.1 Neraca analitik, ketelitian minimal 0,1 ml terkalibrasi

9.1.4.2 Erlenmeyer 250 ml, terkalibrasi

9.1.4.3 Buret (10 atau 50) ml, terkalibrasi

9.1.5 Cara kerja

9.1.5.1 Timbang dengan seksama (2-5) gram percontoh ke dalam Erlenmeyer 250 ml.

9.1.5.2 Tambahkan 50 ml Etanol 95% Netral.

9.1.5.3 Tambahkan (3-5) tetes indikator PP dan titrasi dengan larutan standar NaOH 0,1 N hingga warna merah muda tetap (tidak berubah selama 15 detik).

9.1.5.4 Lakukan penetapan duplo.

9.1.5.5 Hitung angka asam contoh.

9.1.6 Perhitungan

Angka asam dinyatakan dalam mg-KOH/g contoh, dihitung sampai satu desimal dengan menggunakan rumus :

$$\text{angka asam} = \frac{56,1 \quad V \times T}{m}$$

Keterangan :

V adalah Volume NaOH yang diperlukan dalam peniteran, dinyatakan dalam mililiter (ml)

T adalah normalitas NaOH

m adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g)

9.2 Kadar fosfor

9.2.1 Ruang lingkup

Metode ini digunakan untuk menentukan kadar fosfor dalam minyak.

9.2.2 Prinsip

Pengabuan contoh minyak nabati murni yang telah ditambahi seng oksida (ZnO), disusul dengan pengukuran spektrofotometrik fosfor sebagai kompleks asam fosfomolibdat yang berwarna biru.

9.2.3 Peralatan

9.2.3.1 Krus Vycor (atau yang ekivalen) mampu menahan temperatur oven/tungku/muffle/pemanas sampai paling sedikitnya 600 °C, kapasitas 50 ml .

9.2.3.2 Kaca masir (kaca arloji) diameter 75 mm.

9.2.3.3 Pelat pemanas listrik dengan pengendali termostat.

9.2.3.4 Oven/tungku/muffle/pemanas dengan pirometer dan pengendali yang sesuai untuk mempertahankan temperatur (550-600) °C.

9.2.3.5 Corong gelas bertangkai pendek dan berdiameter 50 mm.

9.2.3.6 Kertas saring tak berabu, diameter 90 mm, Whatman no. 42 atau yang ekivalen.

9.2.3.7 Botol pencuci 1 liter, untuk pencucian dengan air panas.

9.2.3.8 Labu-labu ukur/takar volumetrik (50, 100, 250, dan 500) ml, masing-masing bertutup gelas.

9.2.3.9 Pipet ukuran (2, 5, 10, dan 25) ml.

9.2.3.10 Pipet Mohr, 10 ml dengan skala 0,1 ml.

9.2.3.11 Spektrofotometer yang mampu mengukur absorbansi pada 650 nm dengan keakuratan 0,5%.

9.2.3.12 Kuvet(1 000 ± 0,005) cm, cocok untuk saerah sinar tampak.

9.2.4 Reagen

9.2.4.1 Asam klorida (HCl) pekat berat jenis 1,19 (lihat 9.2.8 Catatan peringatan).

9.2.4.2 Seng oksida (ZnO) mutu reagen (*reagent grade* atau p.a).

9.2.4.3 Pelet kalium hidroksida (KOH) mutu reagen (lihat 9.2.8 Catatan peringatan).

9.2.4.4 Asam sulfat (H₂SO₄) pekat berat jenis 1,84 (lihat 9.2.8 Catatan peringatan).

9.2.4.5 Natrium molibdat (Na₂MoO₄) mutu reagen.

9.2.4.6 Hidrazin sulfat ($\text{N}_2\text{H}_4\text{SO}_4$) mutu reagen (lihat 9.2.8 Catatan peringatan).

9.2.4.7 Kalium dihidrogen fosfat (KH_2PO_4) mutu reagen, dikeringkan dahulu selama 2 jam pada 101°C sebelum digunakan.

9.2.5 Larutan

9.2.5.1 Natrium molibdat

Tambahkan hati-hati 140 ml asam sulfat pekat ke dalam 300 ml akuades. Dinginkan sampai temperatur kamar dan tambahi 12,5 gram natrium molibdat. Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 500 ml dan encerkan dengan akuades sampai ke garis batas takarnya; campurkan baik-baik dan biarkan larutan selama 24 jam sebelum digunakan.

9.2.5.2 Hidrazin sulfat 0,015%

Larutkan 0,15 gram hidrazin sulfat ke dalam 1 liter akuades.

9.2.5.3 Larutan kalium hidroksida 50%-massa

Larutkan 50 gram KOH ke dalam 50 gram akuades dan dinginkan hingga temperatur kamar (lihat 9.2.8 Catatan peringatan).

9.2.5.4 Larutan fosfat standar

9.2.5.4.1 Larutan standar untuk stok

Larutkan 1,096 7 gram Kalium dihidrogen fosfat kering (reagen 7) ke dalam sejumlah akuades, pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 250 ml dan encerkan dengan akuades hingga ke garis batas-takarnya, kemudian campurkan baik-baik. Larutan ini mengandung 1 miligram fosfor per mililiter.

9.2.5.4.2 Larutan standar untuk kerja

Pipet 5 ml larutan standar untuk stok dan kucurkan ke dalam labu takar 500 ml. encerkan hingga ke garis batastakar dengan akuades dan campurkan baik-baik. Larutan ini mengandung 0,01 miligram fosfor per mililiter.

9.2.6 Prosedur

9.2.6.1 Timbang (3,0 - 3,2) gram $\pm 0,001$ gram contoh minyak nabati murni ke dalam krus Vycor. Tambah 0,5 gram seng oksida (ZnO).

9.2.6.2 Panaskan perlahan pada pelat pemanas listrik sampai contoh mengental. Kemudian tingkatkan pemanasan perlahan-lahan sampai massa sempurna menjadi arang.

9.2.6.3 Tempatkan krus di dalam oven/tungku/muffle/pemanas pada (550-600) $^\circ\text{C}$ dan biarkan di sana selama 2 jam. Sesudah ini, keluarkan dari oven/tungku dan biarkan dingin hingga temperatur kamar.

9.2.6.4 Tambahkan 5 ml akuades dan 5 ml asam klorida pekat kepada abu di dalam krus tersebut.

9.2.6.5 Tutup krus dengan kaca masir/arloji dan panaskan sampai mendidih perlahan selama 5 menit.

9.2.6.6 Saring larutan ke dalam labu takar 100 ml. Bilas sisi dalam kaca masir/arloji dan dinding dalam krus dengan kira-kira 5 ml akuades panas,. Dengan menggunakan botol pencuci dan pancaran air yang halus. Kemudian, bilas lagi krus dan kertas saring dengan 4 x 5 ml akuades panas.

9.2.6.7 Dinginkan larutan hingga temperatur kamar dan netralkan sampai agak keruh dengan penambahan tetes demi tetes larutan kalium hidroksida 50%. Tambahkan tetes demi tetes asam klorida pekat agar seng oksida tepat melarut dan kemudian tambahkan lagi 2 tetes asam klorida pekat. Encerkan larutan sampai ke garis batas-takar dan campurkan baik-baik.

9.2.6.8 Pipet 10 ml larutan dari labu takar ke dalam labu takar 50 ml (lihat CATATAN 1)

9.2.6.9 Tambahkan berturut-turut 38,0 ml larutan hidrazin sulfat dan 2,0 ml larutan natrium molibdat

9.2.6.10 Tutup labu takar, jungkirkan 3 atau 4 kali. Longgarkan tutupnya dan panaskan selama $(10 \pm 0,5)$ menit di dalam bak air yang mendidih kuat.

9.2.6.11 Singkirkan labu dari bak air mendidih, dinginkan sampai $(25 \pm 5) ^\circ\text{C}$ dalam bak air dingin. Sesudahnya, encerkan dengan akuades sampai garis batas-takar dan campurkan baik-baik (lihat Catatan no. 2)

9.2.6.12 Isikan larutan ke dalam kuvet yang bersih dan kering. Kemudian ukur absorbansinya pada 650 nm. Sebelumnya, spektrofotometer harus diset berpembacaan 0 % absorbansi (100 % transmitansi) untuk kuvet berisi akuades (lihat CATATAN 1)

9.2.6.13 Siapkan reagen blangko dengan mengikuti prosedur no 1 s/d no 12 tetapi tanpa ada contoh minyak nabati murni.

9.2.6.14 Ukur kadar fosfor larutan contoh dan larutan blangko via perbandingan dengan kurva standar yang diperoleh sebagai berikut.

9.2.6.14.1 Pembuatan kurva standar.

Pipet (0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 dan 10,0) ml larutan standar untuk kerja (larutan h1) ke dalam labu-takar 50 ml dan kemudian lakukan prosedur no.9 s/d no. 12. Catat absorbansinya sebagai respons terhadap (0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 dan 0,1) miligram fosfor.

9.2.6.14.2 Plot absorbansi tiap standar ini terhadap kadar fosfornya dalam miligram pada suatu kertas grafik berskala linier.

CATATAN1 Jika absorbansi dari larutan berwarna yang diukur pada prosedur 9.2.6.12 ternyata terlalu tinggi $> 0,9$ atau 90%, pipet sejumlah larutan yang lebih kecil dari yang dinyatakan dalam prosedur 9.2.6.12 (misalnya saja 2,0 ml), encerkan hingga 10 ml dengan penambahan akuades via pipet tipe Mohr dan lanjutkan seperti diuraikan prosedur 9.2.6.9 sampai dengan 9.2.6.12.

CATATAN 2 Contoh-contoh yang berkadar fosfor tinggi masih bisa memberikan absorbansi $> 0,9$ atau 90%. Jika hal ini ditemui, pipet 10 ml larutan contoh yang dibuat dengan prosedur 9.2.6.7 ke dalam labu takar 100 ml dan encerkan sampai ke garis batas-takarnya dengan akuades.

CATATAN 3 Selang waktu antara pengembangan warna dalam prosedur 9.2.6.11 dan pengukuran absorbansi dalam prosedur 9.2.6.12 tak boleh terlalu lama.

9.2.7 Perhitungan

Kadar fosfor dihitung dengan rumus :

$$\text{kadar fosfor (\%-b)} = \frac{10 (A - B)}{W \times V}$$

Keterangan :

- A adalah kadar fosfor di dalam kuvet contoh yang dianalisis, dinyatakan dalam miligram (mg)
- B adalah kadar fosfor di dalam kuvet berisi larutan blangko, dinyatakan dalam miligram (mg)
- W adalah berat contoh minyak nabati murni, dinyatakan dalam gram (g)
- V adalah volume larutan yang dipipet pada prosedur 9.2.6.8

Untuk mendapatkan kadar fosfor dalam mg/kg, kalikan nilai %-berat yang diperoleh dengan 10 000.

9.2.8 Catatan peringatan

Asam klorida pekat adalah asam kuat dan akan menyebabkan kulit terbakar. Uapnya menyebabkan peracunan jika terhirup dan terhisap serta menimbulkan iritasi kuat pada mata dan kulit. Jas dan sarung tangan pelindung harus dipakai ketika bekerja dengan asam ini. Penanganannya disarankan dilakukan dalam lemari asam yang beroperasi dengan benar. Pada pengenceran, asam harus selalu yang ditambahkan ke air/akuades dan bukan sebaliknya.

Kalium hidroksida, seperti alkali-alkali lainnya, dapat membakar parah kulit, mata dan saluran pernafasan. Kenakan sarung tangan karet tebal dan pelindung muka untuk menangkai bahaya larutan alkali pekat. Gunakan peralatan penyingkir asap atau topeng gas untuk melindungi saluran pernafasan dari uap atau debu alkali. Pada waktu bekerja dengan bahan-bahan sangat basa seperti kalium hidroksida, tambahkan selalu pelet-pelet basa ke air/akuades dan bukan sebaliknya. Alkali bereaksi sangat eksoterm jika dicampur dengan air; persiapkan sarana untuk mengurung larutan basa kuat jika bejana bercampur sewaktu-waktu pecah/retak atau bocor akibat besarnya kalor pelarutan yang dilepaskan.

Asam sulfat adalah asam kuat dan akan membakar parah kulit. Kenakan jas dan sarung tangan pelindung jika bekerja dengan asam ini. Karena merupakan oksidator kuat, asam sulfat tak boleh disimpan di dekat bahan-bahan organik.

Pencampurannya dengan air harus dilakukan dengan sangat hati-hati karena pelepasan kalor yang besar dapat membangkitkan cipratan yang eksplosif. Selalu tambahkan asam sulfat ke dalam air/akuades dan bukan sebaliknya.

Hidrazin sulfat dapat menyebabkan iritasi mata, kulit dan membran tenggorokan seta kerusakan liver dan ginjal. Senyawa ini diketahui karsinogen bagi binatang-binatang percobaan laboratorium dan mengakibatkan tumor-tumor liver dan paru-paru pada tikus, sehingga dicurigai karsinogen pula bagi manusia. Kesiagaan dalam menangani zat ini mencakup penggunaan sarung tangan, pelindung mata dan saluran pernafasan. Hindari penghirupan debu atau serbuknya. Buang bahan dan larutan bekasnya secara layak dan aman.

9.2.9 Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal berikut :

- 9.2.9.1 Parameter yang dianalisis
- 9.2.9.2 Nama analis dan tanda tangan tanggal analisa
- 9.2.9.3 Rekaman absorbansi
- 9.2.9.4 Nomor contoh uji
- 9.2.9.5 Batas deteksi
- 9.2.9.6 Perhitungan
- 9.2.9.7 Hasil pengukuran kadar fosfor

9.3 Kadar air dan sedimen

9.3.1 Prinsip

Metode analisa standar untuk kadar air dan sedimen dengan *centrifuge* untuk percontoh minyak nabati murni / PPO.

9.3.2 Ruang lingkup

9.3.2.1 Metode ini mencakup pengukuran volume air bebas dan sedimen dalam minyak nabati murni / PPO dengan viskositas pada 50 °C (122 °F) maksimum 36.0 cSt dan densitas (870 – 890) kg/m³.

9.3.2.2 Metode ini digunakan sebagai indikasi keberadaan air dan sedimen dalam minyak nabati murni / PPO yang dapat mengakibatkan pengotoran pada fasilitas penyimpanan dan menyebabkan masalah pada sistem pembakaran bahan bakar dalam mesin. Di samping itu air juga dapat menyebabkan korosi pada tangki peralatan dan memicu pertumbuhan mikroba.

9.3.3 Peralatan

- 9.3.3.1 *Centrifuge* dengan *relative centrifuge force* (rcf) (800 ± 60)
- 9.3.3.2 Tabung *centrifuge* 100 ml dengan skala yang bisa mengukur sampai 0,01 ml
- 9.3.3.3 Neraca

9.3.4 Prosedur

- 9.3.4.1 Set temperatur *centrifuge* pada (21 – 32) °C atau (70 – 90) °F.
- 9.3.4.2 Masukkan percontoh ke dalam tabung *centrifuge* dan tutup tabung.
- 9.3.4.3 Masukkan tabung yang berisi percontoh ke dalam *swing centrifuge* dengan posisi diagonal untuk berat yang sama.

9.3.4.4 Percontoh dicentrifuge selama 10 menit dengan kecepatan yang sesuai dengan diameter swing (lihat Tabel 3).

Tabel 3 - Data kecepatan rotasi *centrifuge* dan diameter *swing*

Diameter <i>swing</i> (cm)	Rpm pada 500 rcf	Rpm pada 800 rcf
30,5	1 710	2 160
33,0	1 650	3 090
35,6	1 590	2 000
38,1	1 530	1 930
40,6	1 480	1 870
43,2	1 440	1 820
45,7	1 400	1 770
48,3	1 360	1 720
50,8	1 330	1 680
53,3	1 300	1 640
55,9	1 270	1 600
58,4	1 240	1 560
61,0	1 210	1 530

9.3.4.5 Setelah selesai dicentrifuge, baca volume air dan sedimen yang terendapkan di bagian dasar tabung *centrifuge*

9.3.5 Laporan / Hasil

Hasil pembacaan volume air dan sedimen dibagi dengan volume percontoh dan dilaporkan dalam persen volume.

9.4 Kadar air metode oven

9.4.1 Prinsip

Kehilangan berat pada pemanasan 105 °C dianggap sebagai kadar air yang terdapat dalam contoh.

9.4.2 Peralatan

9.4.2.1 Neraca analitik

9.4.2.2 Oven pengering dengan pemanas listrik

9.4.2.3 Botol timbang alumunium dengan diameter (8 – 9) cm, dalamnya (4 – 5) cm, dasar rata

9.4.2.4 Desikator

9.4.3 Cara kerja

9.4.3.1 Panaskan botol timbang berisi pasir laut kering (kuarsa / kertas saring berlipat) dan pengaduk pada oven dengan suhu 105 °C selama satu jam.

9.4.3.2 Dinginkan dalam desikator selama ½ jam.

9.4.3.3 Timbang dan catat bobotnya (m_1).

9.4.3.4 Timbang contoh minyak sebanyak 5 gram pada bobot timbang yang sudah didapat bobot konstananya.

9.4.3.5 Panaskan dalam oven pada suhu 105 °C selama satu jam.

9.4.3.6 Dinginkan dalam desikator selama ½ jam.

9.4.3.7 Timbang botol timbang yang berisi percontoh tersebut (m_2).

9.4.3.8 Ulangi pemanasan dan penimbangan sampai diperoleh bobot tetap.

9.4.4 Perhitungan

Kadar air dinyatakan sebagai persen bobot, dihitung sampai dua desimal dengan menggunakan rumus :

$$\text{kadar air} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\%$$

Keterangan :

m_1 adalah bobot percontoh, dinyatakan dalam gram (g)

m_2 adalah bobot percontoh setelah pengeringan, dinyatakan dalam gram (g)

Untuk mendapatkan kadar air dalam %-volume, kalikan nilai %-bobot kadar air yang diperoleh dengan 1,11.

9.5 Kadar sedimen (pengotor)

9.5.1 Tujuan

Untuk mengetahui kadar kotoran yang terdapat dalam bahan baku minyak nabati murni/PPO.

9.5.2 Definisi

Yang dimaksud dengan kotoran dalam percontoh bahan baku adalah bobot yang tersaring pada penyaringan percontoh.

9.5.3 Peralatan

9.5.3.1 Erlenmeyer

9.5.3.2 Corong

9.5.3.3 Kertas saring Whatman 41

9.5.4 Bahan kimia

9.5.4.1 n-heksana

9.5.5 Cara kerja

9.5.5.1 Timbang bobot kertas saring (m_1).

9.5.5.2 Timbang 20 g percontoh ke kertas saring dengan ketelitian sampai 0,000 1 (m_2).

9.5.5.3 Masukkan n-heksana ke dalam percontoh, larutkan.

9.5.5.4 Kemudian percontoh disaring sampai tidak tersisa.

9.5.5.5 Kertas saring hasil penyaringan kemudian, dimasukkan ke dalam oven. Panaskan sampai 105 °C, selama 1 jam.

9.5.5.6 Masukkan ke dalam desikator.

9.5.5.7 Timbang kertas saring dari hasil penyaringan (m_3).

9.5.6 Laporan / Hasil

Kadar kotoran (dalam %-massa) dihitung sebagai berikut :

$$\text{kadar air} = \frac{m_3 - m_1}{m_2} \times 100\%$$

Keterangan :

m_1 adalah bobot kertas saring, dinyatakan dalam gram (g)

m_2 adalah bobot percontoh, dinyatakan dalam gram (g)

m_3 adalah bobot kertas saring dari hasil penyaringan, dinyatakan dalam gram (g)

9.6 Kadar bahan tak tersabunkan

9.6.1 Definisi

Bahan tidak tersabunkan adalah senyawa-senyawa yang sering terdapat larut dalam minyak dan tidak dapat disabunkan dengan soda alkali. Termasuk di dalamnya yaitu alkohol suku tinggi, sterol, zat warna dan hidrokarbon.

Cara uji ini dapat digunakan untuk semua minyak dan lemak hewani dan nabati, tetapi tidak sesuai untuk minyak dan lemak dengan kadar fraksi tidak tersabunkan relatif tinggi, misalnya seperti minyak dari hewan laut.

9.6.2 Peralatan

9.6.2.1 Erlenmeyer atau botol *soxhlet*

9.6.2.2 Pendingin tegak

9.6.2.3 Labu ekstraksi

9.6.2.4 Oven hampa udara

9.6.2.5 Desikator

9.6.2.6 Neraca analitik

9.6.3 Bahan kimia

9.6.3.1 Alkohol 95%

9.6.3.2 Larutan KOH

9.6.3.3 Petroleum eter

9.6.3.4 Indikator phenolphthalein

9.6.3.5 Alkohol 10%

9.6.3.6 NaOH 0,02 N

9.6.4 Prosedur

Contoh yang telah diaduk ditimbang seberat 5 gram di dalam labu erlenmeyer atau botol Soxhlet. Ditambahkan 30 ml alkohol 95% dan 5 ml larutan KOH 50%, kemudian dididihkan di bawah pendingin tegak selama 1 jam atau sampai semua lemak tersabunkan secara sempurna. Sabun yang terbentuk dipindahkan ke dalam labu ekstraksi, kemudian dibilas dengan alkohol sampai batas 40 ml, lalu dibilas dengan air panas dan air dingin sampai volume seluruhnya 80 ml. Botol bekas penyabunan dicuci dengan sedikit petroleum eter dan dikembalikan ke dalam labu ekstraksi. Labu dengan isinya didinginkan sampai suhu kamar (20 – 25) °C, lalu ditambahkan 50 ml petroleum eter. Labu ditutup kemudian dikocok selama 1 menit, sambil mengeluarkan gas yang terbentuk selama pengocokan. Selanjutnya labu tersebut didiamkan sampai terbentuk 2 lapis cairan. Lapisan petroleum eter dialirkan dan ditampung dalam corong pemisah 500 ml. ekstraksi diulang dengan 50 ml petroleum eter sampai sedikitnya 6 kali sambil dikocok pada setiap kali ekstraksi.

Gabungan ekstrak ini dicuci 3 kali di dalam corong pemisah masing-masing dengan 25 ml alkohol 10% sambil dikocok. Setelah pencucian, lapisan alkohol ini dibuang dengan hati-hati sehingga lapisan petroleum eter tidak ada yang ikut terbang. Ekstrak eter dipindahkan ke dalam gelas piala, dan diuapkan sampai kering di atas penangas air. Pengeringan disempurnakan sampai mencapai bobot tetap, dan sebaiknya dilakukan di dalam oven hampa udara pada suhu (750 – 800) °C. kemudian didinginkan di dalam desikator dan ditimbang. Setelah penimbangan, ampas (residu) ini dilarutkan dalam 50 ml alkohol 95% yang hangat 50 °C dan mengandung indikator phenolphthalein. Selanjutnya dititrasi dengan larutan natrium hidroksida 0,02 N sampai tepat terbentuk warna merah jambu.

Bobot asam lemak di dalam ekstrak (gram) sama dengan jumlah mililiter natrium hidroksida 0,02 N x 0,056.

$$\text{bahan tidak tersabunkan} = \frac{(BR - BA)}{B} \times 100\%$$

Keterangan :

BR adalah bobot residu, dinyatakan dalam gram (g)

BA adalah bobot asam lemak, dinyatakan dalam gram (g)

B adalah bobot percontoh, dinyatakan dalam gram (g)

CATATAN 0,056 adalah BM NaOH/1 000.

Laporkan nilai %-berat bahan tak tersabunkan yang diperoleh dengan rumus ini hingga satu angka di belakang koma.

9.7 Viskositas kinematik pada 50 °C

9.7.1 Peralatan

9.7.1.1 Alat pengukur viskositas (*Viscosity measuring unit*)

9.7.1.2 *Transparent thermostat*

9.7.1.3 *Ubelohde viscometer*

9.7.1.4 *Stopwatch*

9.7.1.5 Gelas Kimia 50 ml

9.7.1.6 Gelas ukur 25 ml

9.7.2 Bahan yang digunakan

9.7.2.1 Minyak

9.7.2.2 *Xylene*

9.7.2.3 Toluena

9.7.2.4 Alkohol

9.7.3 Dasar teori

Viskositas suatu cairan murni atau larutan merupakan indeks hambatan alir cairan. Viskositas dapat diukur dengan mengukur laju alir cairan yang melalui tabung yang berbentuk silinder. Cara ini merupakan salah satu cara yang paling mudah dan dapat digunakan untuk cairan ataupun gas sesuai dengan hukum Hagen – Poiseuille, viskositas kinematik (ν) sebanding dengan waktu alir yang melalui kapiler viskometer

$$\nu = K \times t$$

Keterangan :

- ν adalah viskositas kinematik, dinyatakan dalam mm^2/s (cSt)
- K adalah konstanta kapiler, dinyatakan dalam mm^2/s^2 (cSt/s)
- t adalah waktu pengukuran aliran, dinyatakan dalam detik (s)

Hasilnya mempunyai dimensi mm^2/s (cSt). Metode ini paling akurat untuk mengukur cairan kental yang mengikuti ketentuan *Newton (Newtonian Fluid)*

9.7.4 Prosedur pengukuran

9.7.4.1 Prosedur *transparent termostat*

9.7.4.1.1 Pilih cairan *transparent termostat* sesuai dengan temperatur percontoh yang akan diukur

9.7.4.1.2 Isi cairan ke dalam *transparent termostat* sampai tanda batas pengisian

9.7.4.2 Menghidupkan termostat

Tekan sakelar utama, hal ini akan menyebabkan lampu penunjuk yang berwarna hijau akan menyala dan layar digital akan menunjukkan temperatur bak, motor pompa akan berjalan dan cairan akan disirkulasikan untuk mencapai *setpoint* temperatur bak.

9.7.4.3 Pengukuran

Tata cara pengaktifan peralatan termostat dan pengukuran dilakukan mengikuti petunjuk yang ditentukan sesuai dengan prosedur alat. Pada umumnya kebanyakan alat akan menghasilkan besaran waktu yang akan digunakan selanjutnya pada perhitungan viskositas kinematik.

9.7.5 Perhitungan

Viskositas kinematik dihitung sebagai berikut :

$$v = K \times t$$

Keterangan :

v adalah viskositas kinematik, dinyatakan dalam mm^2/s (cSt)
 K adalah konstanta kapiler, dinyatakan dalam mm^2/s^2 (cSt/s)
 t adalah waktu pengukuran aliran, dinyatakan dalam detik (s)

CONTOH

Konstanta kapiler IIC = 0.3149
 Rata-rata waktu alir = 14 s
 Viskositas kinematik = $K \times t$
 = $0,3149 \times 14$
 = $4,41 \text{ mm}^2/\text{s}$
 = 4,41 cSt

Laporkan nilai viskositas kinematik hingga nilai bulat (tanpa desimal) terdekat, misalnya 4,41 dibulatkan menjadi 4 sedangkan 4,62 dibulatkan menjadi 5.

9.8 Kadar abu tersulfatkan

9.8.1 Tujuan

Mengukur jumlah sulfat dalam residu yang tersisa dalam minyak nabati murni /PPO

9.8.2 Ruang lingkup

Uji ini meliputi identifikasi sulfat dalam residu yang tersisa dalam minyak nabati murni/PPO dengan rentang 0,02%-massa sampai dengan 0,005%-massa.

9.8.3 Ringkasan uji abu tersulfatkan

Percontoh dibakar sampai terbentuk abu dan arang. Kemudian percontoh ini didinginkan dan ditambahkan asam sulfat dan dipanaskan sampai suhu 775°C sehingga terjadi oksidasi arang secara sempurna. Perlakuan ini dilakukan beberapa kali sampai berat hasil penimbangannya konstan.

9.8.4 Peralatan :

9.8.4.1 *Evaporating dish* atau *crucible*, (50 s/d 100) ml untuk percontoh lebih dari 0,02%-massa abu tersulfatkan dan (120 atau 150) ml untuk percontoh kurang dari 0,02%-massa dan terbuat dari porselin.

9.8.4.2 Tungku elektrik, dengan suhu mencapai $(775 \pm 25)^\circ\text{C}$.

9.8.4.3 Timbangan skala 0,1 mg.

9.8.5 Bahan

9.8.5.1 Air destilat

9.8.5.2 Asam sulfat dengan densitas 1,84 gr/cm³

9.8.5.3 Larutan asam sulfat 1 : 1 dengan air destilat

9.8.5.4 Propan – 2 – ol

9.8.5.5 Toluena

9.8.6 Prosedur

9.8.6.1 Pilih *evaporating dish* atau *crucible* yang sesuai dengan kandungan abu tersulfatkan.

9.8.6.2 Panaskan *evaporating dish* atau *crucible* yang akan digunakan pada suhu (775± 25) °C selama 10 menit. Dinginkan pada suhu ruangan dan timbang sampai ketelitian 0,1 mg.

9.8.6.3 Timbang percontoh dengan jumlah :

$$W = 10/a$$

Keterangan :

W adalah berat percontoh, dinyatakan dalam gram (g)

a adalah abu tersulfatkan yang diharapkan, dinyatakan dalam gram %-massa

Perhatikan, jangan sampai kelebihan berat percontoh sampai dengan 80 gram. Karena hal ini akan menghasilkan abu tersulfatkan sebanyak 2%-massa, yang lebih dari rentang yang telah ditetapkan.

9.8.6.4 Panaskan *dish* atau *crucible* dengan hati-hati sampai percontoh terbakar dan atur suhu pemanasan agar konstan kemudian teruskan sampai terbentuk abu.

9.8.6.5 Jika percontoh tersebut mengandung air yang menyebabkan busa dan kehilangan material, buang material tersebut dan timbang kembali percontoh yang baru kemudian ditambahkan propan – 2 – ol 99% sebanyak (1-2) ml sebelum dipanaskan, dan jika hal ini belum berhasil tambahkan campuran 10 ml toluene dan propan – 2- ol dengan perbandingan volume yang sama. Tempatkan beberapa lembar *ashless* filter pada campuran ini dan ketika filter ini terbakar sebagian besar air akan terhilangkan.

9.8.6.6 Biarkan percontoh mengalami pendinginan pada suhu kamar, kemudian tambahkan asam sulfat untuk melengkapi proses oksidasinya dengan pemanasan kembali percontoh dalam tungku pada suhu (775± 25) °C.

9.8.6.7 Kemudian dinginkan percontoh pada suhu kamar dan tambahkan 3 tetes air dan 10 tetes asam sulfat dan panaskan kembali sampai kadar air hilang.

9.8.6.8 Timbang percontoh beberapa kali sampai ketelitian 0,1 mg dan perbedaan penimbangan 1 mg.

9.8.7 Perhitungan

$$\% \text{-Berat abu tersulfatkan} = \left(\frac{w}{W} \times 100 \right)$$

Keterangan :

w adalah berat abu tersulfatkan, dinyatakan dalam gram (g)

W adalah berat percontoh, dinyatakan dalam gram (g)

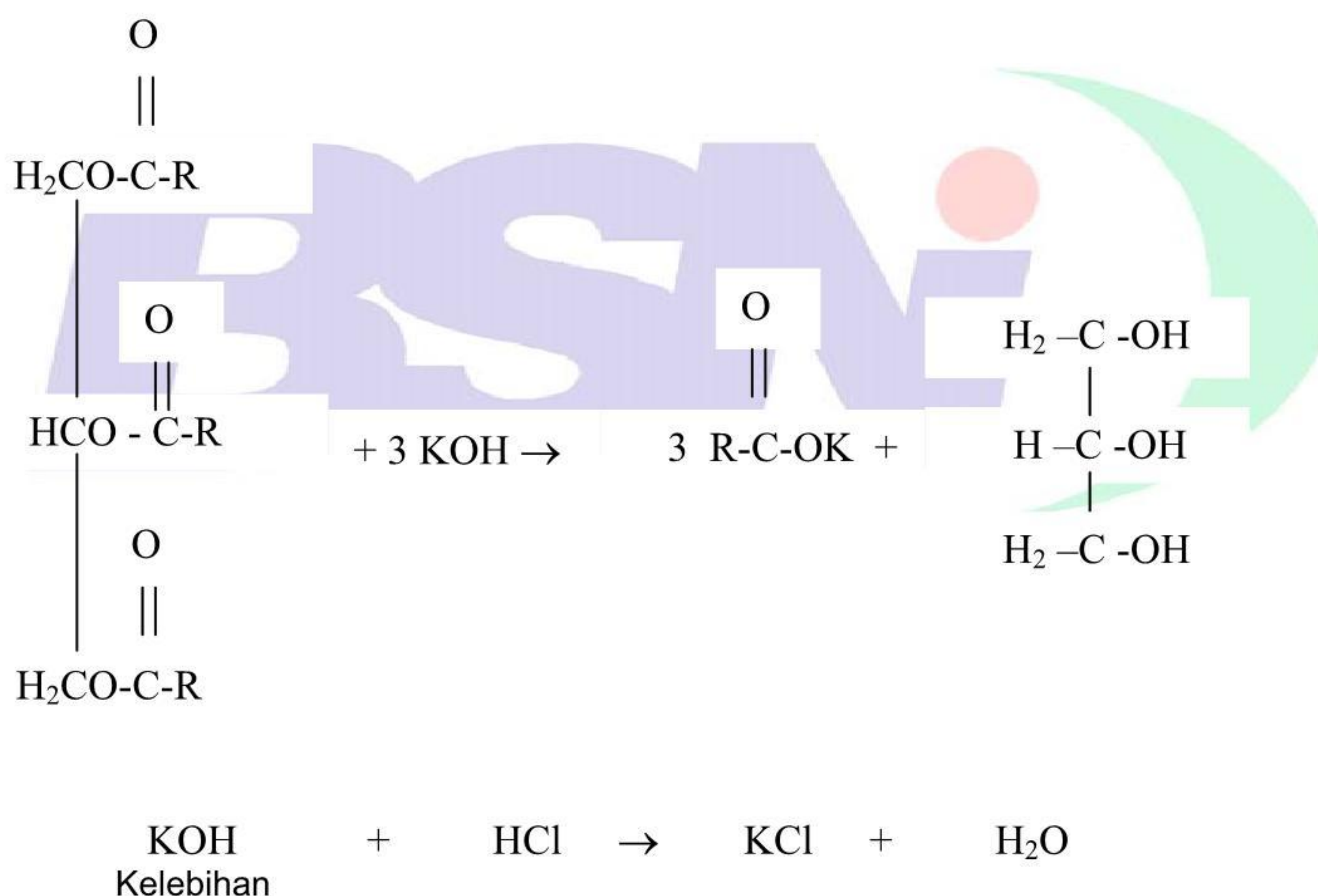
Laporkan nilai %-berat abu tersulfatkan hingga 2 angka di belakang koma.

9.9 Angka penyabunan

9.9.1 Prinsip

Penyabunan contoh dengan larutan kalium hidroksida dalam etanol di bawah pendingin tegak dan penitaran kelebihan kalium hidroksida dengan asam klorida dengan adanya indikator phenolftalein.

9.9.2 Reaksi-reaksi pada penentuan angka penyabunan



Gambar 1 - Reaksi-reaksi pada penentuan angka penyabunan

9.9.3 Pereaksi

9.9.3.1 Kalium hidroksida 0,5N dalam etanol 95%.

Timbang KOH sebanyak kira-kira 40 gram dan dilarutkan dengan 25 ml air suling, kemudian encerkan dengan etanol 95% sampai 1 liter dan simpan dalam botol coklat.

9.9.3.2 Asam klorida, HCl 0,5 N. larutkan 41,5 ml (HCl 37% bj 1,19) menjadi 1 liter dengan air suling.

9.9.3.2 Indikator larutan phenolftalein 0,5%.

Larutkan 0,5 gram phenolftalein dalam alkohol 95% ke dalam labu ukur 100 ml.

9.9.4 Peralatan

9.9.4.1 Neraca analitik, dengan ketelitian 0,1 mg terkalibrasi.

9.9.4.2 Erlenmeyer 200 ml

9.9.4.3 Pendingin tegak yang panjangnya 1 m

9.9.4.4 Pipet volumetri 25 ml, terkalibrasi

9.9.4.5 Buret 50 ml, dengan ketelitian 0,01 ml, terkalibrasi

9.9.4.6 Penangas air atau pemanas listrik

9.9.5 Cara kerja

9.9.5.1 Timbang kira-kira dua gram contoh ketelitian 0,000 1 gram dan masukan ke dalam labu Erlenmeyer 250 ml.

9.9.5.2 Tambahkan 25 ml KOH alkohol 0,5 dengan menggunakan pipet dan beberapa butir batu didih.

9.9.5.3 Hubungkan erlenmeyer dengan pendingin tegak dan didihkan di atas penangas air atau pemanas listrik selama satu jam.

9.9.5.4 Tambahkan (0,5 – 1) ml phenolftalein ke dalam larutan tersebut dan liter dengan HCl 0,5 N sampai warna indikator berubah menjadi tidak berwarna.

9.9.5.5 Lakukan penetapan duplo.

9.9.5.6 Lakukan penetapan blanko.

9.9.5.7 Hitung bilangan penyabunan dalam contoh.

9.9.6 Perhitungan

Bilangan penyabunan dinyatakan sebagai miligram KOH per gram lemak dihitung (sebagai angka bulat tanpa desimal) dengan menggunakan rumus :

$$\text{bilangan penyabunan} = \frac{56,1 \text{ g T} \times (V_0 - V_1)}{m}$$

Keterangan :

V_0 adalah volume HCl 0,5 N yang diperlukan pada peniteran blanko, dinyatakan dalam mililiter (ml)

V_1 adalah volume HCl 0,5 N yang diperlukan pada peniteran contoh, dinyatakan dalam mililiter (ml)

T adalah normalitas HCl 0,5 N

M adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g)

9.10 Angka iodium

9.10.1 Ruang lingkup

Dapat diterapkan untuk minyak nabati murni/PPO yang berupa minyak dan asam-asam lemak

9.10.2 Angka iodium

Angka iodium adalah ukuran empirik banyaknya ikatan rangkap (dua) di dalam (asam-asam lemak penyusun) minyak nabati murni/PPO dan dinyatakan dalam sentigram iodium yang diabsorpsi per gram contoh minyak nabati murni/PPO (%-massa iodium terabsorpsi). Satu mol iodium terabsorpsi setara dengan satu mol ikatan rangkap (dua).

9.10.3 Cara uji

9.10.3.1 Prinsip

Iodin bereaksi dengan ikatan ganda. Jumlah iodin yang bereaksi dihitung dari selisih titran untuk blangko dan percontoh.

9.10.3.2 Peralatan

9.10.3.2.1 Labu iodium bisa berupa botol atau labu Erlenmeyer bermulut besar dan bertutup gelas serta berkapasitas 500 ml.

9.10.3.2.2 Labu takar 1 000 ml bertutup gelas, untuk menyiapkan larutan-larutan standar.

9.10.3.2.3 Pipet ukuran 25 ml untuk memasukkan larutan Wijs.

9.10.3.2.4 Pipet 20 ml dengan skala 1 ml, untuk memasukkan larutan KI 10%.

9.10.3.2.5 Pipet (2-5) ml dengan skala 1 ml, untuk memasukkan larutan pati.

9.10.3.2.6 Pipet 50 ml dengan skala 1 ml untuk memasukkan akuades.

9.10.3.2.7 Neraca analitik berketelitian $\pm 0,0001$ gram.

9.10.3.2.8 Pelat pengaduk magnetik dengan batang pengaduknya.

9.10.3.2.9 Kertas saring – Whatman no. 41H atau yang setara.

9.10.3.2.10 Gelas piala 50 ml.

9.10.3.2.11 Pengukur waktu (*timer*).

9.10.3.3 Bahan

9.10.3.3.1 Reagen

9.10.3.3.1.1 Larutan/reagen Wijs (lihat 9.10.6 Catatan peringatan)

CATATAN Disarankan untuk digunakan adalah "pati kentang untuk iodometri", karena pati ini menimbulkan warna biru pekat jika berada bersama ion iodonium. "Pati larut" disarankan karena dapat menimbulkan warna biru pekat yang konsisten ketika berkontak dengan ion iodonium.

CONTOH Reagen berikut diketahui cocok yaitu *Soluble starch for iodometry*, Fisher S516-100; "*Soluble potato starch*", Sigma S2630; "*Soluble potato starch for iodometry*", J.T Baker 4006-04.

9.10.3.3.1.2 Kalium iodida (KI) mutu reagen atau p.a (*pro analysis*)

9.10.3.3.1.3 Karbon tetraklorida mutu reagen (lihat 9.10.6 Catatan peringatan). Zat-zat yang dapat teroksidasi dipastikan tidak ada di dalam reagen ini diverifikasi dengan mengocok 10 ml reagen dengan 1 ml larutan jenuh kalium dikromat dan 2 ml asam sulfat pekat (tidak ada perubahan warna hijau). Jika tidak tersedia, karbon tetraklorida boleh diganti dengan campuran 50%-volume sikloheksan mutu reagen dan 50%-volume asam asetat glasial mutu reagen (lihat 9.10.6 Catatan peringatan).

9.10.3.3.1.4 Larutan indikator pati segar (lihat Catatan no.2) atau baru disiapkan. Kalium dikromat mutu reagen. Sebelum digunakan harus digerus halus dan dikeringkan pada (105 – 110) °C sampai berberat konstan.

CATATAN Pada temperatur kamar, tenggang waktu antara penyiapan contoh-contoh dan pentitrasiaannya tak boleh lebih dari 1,5 jam.

9.10.3.3.1.5 Natrium tiosulfat – mutu reagen

9.10.3.3.2 Larutan

9.10.3.3.2.1 Larutan kalium iodida (KI) 10 %

- Timbang 100 gram kalium iodida
- Larutkan ke dalam aquades, disusul dengan pengenceran hingga volume 1 liter

9.10.3.3.2.2 Larutan indikator pati

- Buat pasta homogen 10 gram pati larut di dalam akuades dingin.
- Tambahkan pasta ini ke 1 liter akuades yang sedang mendidih kuat, aduk secara cepat selama beberapa detik dan kemudian dinginkan. Asam salisilat (11,25 g/l) boleh ditambahkan untuk mengawetkan patinya.

9.10.3.3.2.3 Uji kepekaan larutan pati

- Buat larutan khlor dengan cara mengencerkan 1 ml larutan natrium hipoklorit (NaOCl) 5%-massa, yang tersedia di perdagangan, menjadi 1 000 ml.
- Masukkan 5 ml larutan pati ke dalam 100 ml akuades.
- Tambahkan 0,05 ml larutan 0,1 N KI yang masih segar (baru dibuat) dan satu tetes larutan khlor.
- Larutan harus menjadi berwarna biru pekat dan bisa dilunturkan dengan penambahan 0,05 ml larutan natrium tiosulfat 0,1 N.

9.10.3.3.2.4 Larutan baku kalium dikromat

- Timbang 4,903 5 gr kalium dikromat kering dan tergerus.

- b. Larutkan ke dalam akuades di dalam labu takar 1 liter, kemudian encerkan sampai garis batas-takar pada 25°C.

9.10.3.3.2.5 Larutan natrium tiosulfat 0,1 N

- a. Larutkan 24,8 gram $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ke dalam akuades dan kemudian diencerkan sampai 1 liter
- b. Standardisasi larutan natrium tiosulfat
- Pipet 25 ml larutan baku kalium dikromat ke dalam gelas piala 400 ml
 - Tambahkan 5 ml HCl pekat, 10 ml larutan KI dan aduk baik-baik dengan batang pengaduk atau pengaduk magnetic
 - Kemudian, biarkan tak teraduk selama 5 menit dan selanjutnya tambahkan 100 ml akuades
 - Titrasi dengan larutan natrium tiosulfat sambil terus diaduk, sampai warna kuning hampir hilang
 - Tambahkan (1-2) ml larutan pati dan teruskan titrasi perlahan-lahan sampai warna biru persis saran
 - Hitung normalitas larutan natrium tiosulfat dengan persamaan berikut :

$$\text{Normalitas larutan } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \frac{V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \times N_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}}$$

Keterangan :

$V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$ adalah volume kalium dikromat, dinyatakan dalam mililiter (ml)

$N_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$ adalah normalitas kalium dikromat

$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ adalah volume natrium tiosulfat yang digunakan untuk menitrasi dinyatakan dalam mililiter (ml)

9.10.3.3.2.6 Larutan reagen Wijs; lihat no.9.10.3.3.1.1.

9.10.4 Prosedur

9.10.4.1 Timbang $((0,13 - 0,15) \pm 0,001)$ gram percontoh minyak nabati murni ke dalam labu Iodium

9.10.4.2 Tambahkan 15 ml larutan karbon tetraklorida (atau 20ml campuran 50%-volume sikloheksan – 50%-volume asam asetat) dan kocok putar labu untuk menjamin contoh larut sempurna ke dalam pelarut

9.10.4.3 Tambahkan 25 ml reagen Wijs dengan pipet seukuran dan tutup labu. Kocok putar labu agar isisnya tercampur sempurna dan kemudian segera simpan di tempat gelap bertemperatur $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$ selama 1 jam

9.10.4.4 Sesudah perioda penyimpanan usai, ambil kembali labu, dan tambahkan 20 ml larutan KI serta kemudian 150 ml akuades

9.10.4.5 Sambil selalu diaduk baik-baik, titrasi isi labu dengan larutan natrium tiosulfat 0,1 N yang sudah distandarkan (diketahui normalitas eksaknya) sampai warna coklat iodium hampir hilang. Setelah ini tercapai, tambahkan 2 ml larutan indikator pati dan teruskan titrasi sampai warna biru kompleks iodium – pati persis sirna. Catat volume titran yang dihabiskan untuk titrasi.

9.10.4.6 Bersamaan dengan analisis di atas, lakukan analisis blanko (tanpa contoh jadi hanya langkah 9.10.4.2 sampai 9.10.4.5)

9.10.5 Perhitungan

Angka iodium contoh (g-iodium (I_2) per 100 g percontoh) dapat dihitung dengan rumus :

$$\text{angka iodium (dalam g-iodium (I}_2\text{) per 100 g percontoh)} = \frac{12,69 (B - C) N}{W}$$

Keterangan :

- C adalah volume larutan natrium tiosulfat yang habis dalam titrasi contoh, dinyatakan dalam mililiter (ml)
- B adalah volume larutan natrium tiosulfat yang habis dalam titrasi blangko, dinyatakan dalam mililiter (ml)
- N adalah normalitas eksak larutan natrium tiosulfat
- W adalah berat ekstrak contoh yang ditimbang untuk analisis dinyatakan dalam gram (g)

9.10.6 Catatan peringatan

Larutan Wijs bisa membakar parah kulit dan uapnya bisa merusak paru-paru serta mata. Penggunaan lemari asam sangat disarankan. Larutan Wijs tanpa karbon tetraklorida bisa diperoleh dari pemasok bahan-bahan kimia laboratorium.

Karbon tetraklorida diketahui bersifat karsinogen. Zat ini toksik jika terhisap, termakan/terminum serta terabsorpsi ke dalam kulit, serta berdaya narkotik. Zat ini tidak boleh digunakan untuk menyingkirkan api' pada temperatur tinggi akan terdekomposisi menghasilkan fosgen (bahan kimia berbahaya). Angka ambang kehadirannya di udara tempat kerja adalah 10 ppm-v. karena ini, penanganannya harus dilakukan di dalam lemari asam.

Asam klorida (HCl) pekat adalah asam kuat dan akan menyebabkan kulit terbakar. Uapnya menyebabkan peracunan jika terhirup dan terhisap serta menimbulkan iritasi kuat pada mata dan kulit. Jas dan sarung tangan pelindung harus dipakai ketika bekerja dengan asam ini. Penanganannya disarankan dilakukan dalam lemari asam yang beroperasi dengan benar. Pada pengenceran, asam harus selalu yang ditambahkan ke air/akuades dan bukan sebaliknya.

Asam asetat murni (glasial) adalah zat yang cukup toksik jika terhisap atau terminum. Zat ini menimbulkan iritasi kuat pada kulit dan jaringan tubuh. Angka ambang kehadirannya di udara tempat kerja adalah 10 ppm-v

9.10.7 Jaminan mutu

9.10.7.1 Gunakan bahan kimia berderajat pro analis (p.a)

9.10.7.2 Gunakan alat gelas bebas kontaminan

9.10.7.3 Gunakan alat gelas yang terkalibrasi

9.10.7.4 Gunakan air suling untuk pembuatan semua pereaksi dan larutan kerja

9.10.7.5 Dikerjakan oleh analis/penguji yang kompeten

9.10.7.6 Lakukan uji dengan segera (tidak melampaui waktu penyimpanan)

9.10.8 Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal berikut :

- 9.10.8.1 Parameter yang dianalisis
- 9.10.8.2 Nama analis dan tanda tangan
- 9.10.8.3 Tanggal analisa
- 9.10.8.4 Rekaman volume titrasi
- 9.10.8.5 Nomor contoh uji
- 9.10.8.6 Batas deteksi
- 9.10.8.7 Perhitungan
- 9.10.8.8 Hasil pengukuran duplo
- 9.10.8.9 Hasil pengukuran blangko
- 9.10.8.10 Hasil pengukuran angka iodium

9.11 Titik nyala (mangkok tertutup)

9.11.1 Ruang lingkup

Metode uji ini mencakup penentuan titik nyala produk-produk minyak bumi (*petroleum*) dengan kisaran suhu (40-360) °C dengan menggunakan alat Mangkok Tertutup Pensky-Martens secara manual (*Manual Pensky-Martens Closed Cup*) atau alat Mangkok Tertutup Pensky-Martens (*Pensky Martens Closed Cup*) secara otomatis. Uji titik nyala di atas 250 °C dapat ditentukan, tapi presisi di atas suhu ini belum diuji. Untuk residu minyak, presisi di atas suhu 100 °C belum diuji. Dapat dipakai untuk bahan bakar distilat (diesel, kerosin, minyak yang dipanaskan, minyak turbin), minyak pelumas baru dan larutan *petroleum* homogen lainnya.

9.11.2 Alat

- 9.11.2.1 Alat Mangkok Tertutup Pensky-Martens (*Pensky Martens Closed Cup*) manual
- 9.11.2.2 Alat Mangkok Tertutup Pensky-Martens (*Pensky Martens Closed Cup*) otomatis
- 9.11.2.3 Alat pengukur suhu
- 9.11.2.4 Sumber penyalan

9.11.3 Bahan

- 9.11.3.1 Toluena
- 9.11.3.2 Aseton

9.11.4 Prosedur

9.11.4.1 Alat manual

9.11.4.1.1 Pastikan tempat percontoh terisi sesuai dengan kapasitas volumenya.

9.11.4.1.2 Isi mangkuk uji (*test cup*) dengan percontoh sampai tanda pengisian (*filling mark*) yang terdapat didalam mangkuk uji. Suhu mangkuk uji dan contoh sedikitnya (18 atau 32) °C di bawah titik nyala yang diharapkan. Jika percontoh yang ditambahkan ke dalam mangkuk uji terlalu banyak, maka kelebihanannya dikeluarkan dengan menggunakan *syringe* atau alat yang sama untuk mengeluarkan cairan ini.

9.11.4.1.3 Tempatkan tutup uji (*cover test*) pada mangkuk uji dan pastikan alat terpasang sebagaimana mestinya. Jika alat pengukur suhu ini belum siap di tempatnya, masukkan alat ini ke dalam pegangannya (*holder*).

9.11.4.1.4 Nyalakan api uji (*test flame*) dan atur diameternya dari (3,2 sampai 4,8) mm (0,126 inci sampai 0,109 inci) atau hidupkan penyalat listrik (*electric igniter*) dan atur intensitasnya sesuai dengan instruksinya.

9.11.4.1.5 Pergunakan panas pada kecepatan dengan kenaikan suhu (5 - 6) °C atau (9 - 11) °F per menit, seperti yang ditunjukkan oleh alat pengukur suhu.

9.11.4.1.6 Hidupkan alat pengaduk dengan putaran pada 90 sampai 120 rpm, dengan posisi pengaduk ke arah bawah.

9.11.4.1.7 Catat titik nyala yang diamati pada pembacaan alat pengukur suhu sewaktu penggunaan sumber penyalat menyebabkan timbulnya nyala api seketika (*a distinct flash*) dalam mangkok uji.

9.11.4.2 Alat otomatis

9.11.4.2.1 Alat otomatis harus mampu melakukan pengujian seperti prosedur yang diuraikan pada **9.11.1**, termasuk pengawasan kecepatan pemanasan, pengadukan, aplikasi sumber penyalat, mendeteksi dan mencatat titik nyala.

9.11.4.2.2 Pengujian dengan alat otomatis dimulai dengan prosedur yang sesuai instruksi seperti alat manual.

9.11.5 Pelaporan

Laporkan titik nyala pada suhu sewaktu terjadi pada pertama kali timbul nyala api dalam mangkok uji.

9.12 Residu karbon

9.12.1 Tujuan

Mengukur jumlah karbon yang terbentuk setelah penguapan dan pirolisis dari PPO pada beberapa kondisi

9.12.2 Ruang lingkup

Uji ini dapat dilakukan untuk produk petroleum yang mengalami dekomposisi parsial saat destilasi pada tekanan atmosfer dengan hasil residu karbon (0,1-30)%-massa

9.12.3 Ringkasan uji residu karbon

Timbang percontoh dan tempatkan pada gelas kaca kemudian panaskan sampai 500 °C dengan mengalirkan gas nitrogen pada tenggang waktu tertentu. Percontoh akan mengalami reaksi pembakaran dan bahan yang mudah menguap dihilangkan menggunakan gas nitrogen. Jumlah residu karbon dihitung sebagai % perbandingan residu karbon yang dihasilkan dibagi dengan jumlah percontoh.

9.12.4 Peralatan

9.12.4.1 Gelas vial percontoh, kapasitas 2 ml dengan diameter luar 12 mm dan tinggi 35mm digunakan jika residu yang akan dihasilkan (0,3- 26)%-massa.

9.12.4.2 Gelas vial percontoh besar, kapasitas 15 ml dengan diameter luar (20,5 -21) mm dan tinggi (70 ± 1) mm digunakan jika residu yang akan dihasilkan < 0,1%-massa.

9.12.4.3 Oven pembakaran sampai 500 °C dengan ruangan diameter 85 mm (3 3/8 in), tinggi 100 mm (4 in) kecepatan pemanasan (10-40) °C/menit, dengan cerobong pengeluaran gas 13 mm (1/2 in) dan pemasukan nitrogen di bagian bawah dan pembuangan nitrogen di bagian atas serta dilengkapi dengan termokopel.

9.12.4.4 Penahan gelas vial, terbuat dari aluminium diameter 76 mm (3 in), tebal 16 mm (5/8 in) dengan 12 lubang penahan gelas vial dengan diameter 13 mm (1/2 in) serta kedalaman 13 mm (1/2 in), jarak antar lubang tersebut 3 mm (1/8 in).

9.12.4.5 Termokopel

9.12.4.6 Timbangan analitik dengan ketelitian sampai 0,1 mg dan berat minimal penimbangan 20 gram.

9.12.5 Bahan

Nitrogen kemurnian 99,998% dengan tekanan 0 kPa sampai dengan 200 kPa (0 psig sampai dengan 30 psig).

9.12.6 Prosedur

9.12.6.1 Persiapan percontoh

9.12.6.1.1 Timbang gelas vial sebagai wadah percontoh.

9.12.6.1.2 Panaskan percontoh sampai tercapai kehomogenannya.

9.12.6.1.3 Ambil percontoh dengan acuan sebagai berikut :

Tabel 4 - Acuan pengambilan percontoh

Deskripsi percontoh	Residu karbon yang diharapkan, (%-massa)	Jumlah percontoh yang disarankan, (gram)
Cairan kental atau padatan	> 5	0,15 ± 0,05
Cairan agak kental	1-5	0,5 ± 0,1
Residu minyak dari bagian bawah destilasi	0,1 - < 1	1,5 ± 0,5
Vial gelas besar	< 0,1	5 ± 1
Vial gelas kecil	< 0,1	1,5 ± 0,5

9.12.6.2 Proses uji

9.12.6.2.1 Panaskan penahan gelas vial pada suhu di bawah 100 °C. bersihkan ruang pemanasan dengan mengalirkan nitrogen sebanyak 600 ml/menit selama 10 menit. Dan turunkan pengaliran nitrogen sampai 150 ml/menit kemudian naikan temperatur sampai 500°C dengan kecepatan pemanasan (10-15) °C/menit.

9.12.6.2.2 Jika percontoh berbusa dan meluap yang menyebabkan berkurangnya percontoh, ulangi pengambilan percontoh.

9.12.6.2.3 Masukkan percontoh, panaskan sampai (500 ± 2) °C selama 15 menit kemudian matikan oven dan biarkan terjadi pendinginan dengan mengalirkan nitrogen sebanyak 600 ml/menit sampai suhu di bawah 250 °C, ambil percontoh kemudian masukkan ke dalam desikator dan matikan pengaliran nitrogen.

9.12.6.2.4 Dinginkan percontoh hingga mencapai temperatur ruangan dan timbang residu karbon yang terbentuk dengan ketelitian 0,1 mg.

9.12.6.3 Perhitungan

$$\% \text{ karbon residu} = \left(\frac{A}{W} \right) \times 100$$

Keterangan :

A adalah berat residu karbon, dinyatakan dalam miligram (mg)

W adalah berat percontoh dinyatakan dalam miligram (mg)

9.13 Massa jenis pada 50 °C

9.13.1 Prinsip

Metode analisa standar untuk densitas, densitas relatif (*specivic gravity*) untuk minyak mentah dan produk minyak cair dengan metode *Hidrometer*.

9.13.2 Ruang lingkup

9.13.2.1 Metode ini mencakup analisa laboratorium menggunakan *Hidrometer* ASTM untuk analisa densitas, dari minyak nabati dan produk minyak atau campuran dari produk minyak dengan produk non minyak yang berwujud cairan.

9.13.2.2 Nilai densitas diukur dengan *hidrometer* pada temperatur referensi, yaitu temperatur 50 °C. pembacaan koreksi pada temperatur referensi dengan rata-rata dari tabel pengukuran minyak. Nilai densitas pada temperatur selain temperatur referensi merupakan pembacaan hidrometer bukan nilai densitas yang diperoleh.

9.13.3 Definisi

9.13.3.1 Densitas (ρ) adalah massa cairan per unit volume pada temperatur (15 atau 50) °C dan tekanan 101,325 kPa. Satuannya dalam kg/m³.

9.13.3.2 Densitas relatif adalah rasio antara yang diberikan oleh sejumlah volume cairan pada temperatur spesifik dengan massa yang diberikan oleh air murni pada temperatur yang sama atau berbeda (kedua nilai temperatur harus dinyatakan).

9.13.3.3 API Gravity adalah

$$API = \frac{141,5}{SG} - 131,5$$

Keterangan :

SG adalah Specific Gravity pada temperatur 60 °F

9.13.4 Peralatan

9.13.4.1 Hidrometer (0.8 – 1) kg/m³

9.13.4.2 Termometer

9.13.4.3 Silinder Hidrometer (diameter 25 mm lebih besar dari diameter luar Hidrometer)

9.13.4.4 *Water bath* dan temperatur

9.13.5 Prosedur

9.13.5.1 Masukkan percontoh ke dalam silinder hidrometer.

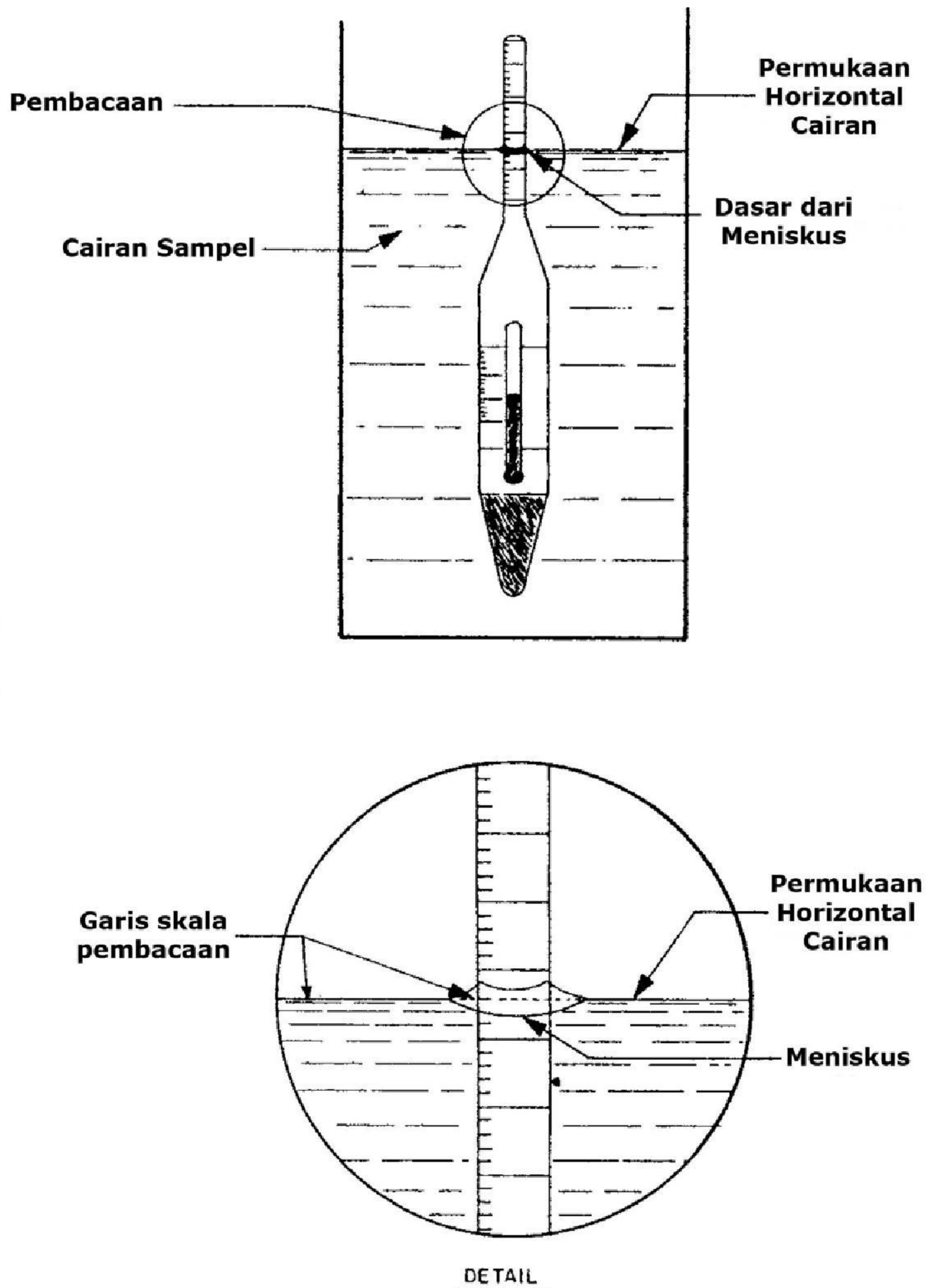
9.13.5.2 Masukkan hidrometer ke dalam silinder hidrometer yang telah berisi percontoh.

9.13.5.3 Masukkan silinder hidrometer ke dalam *water bath* yang sudah ditetapkan pada temperatur tertentu.

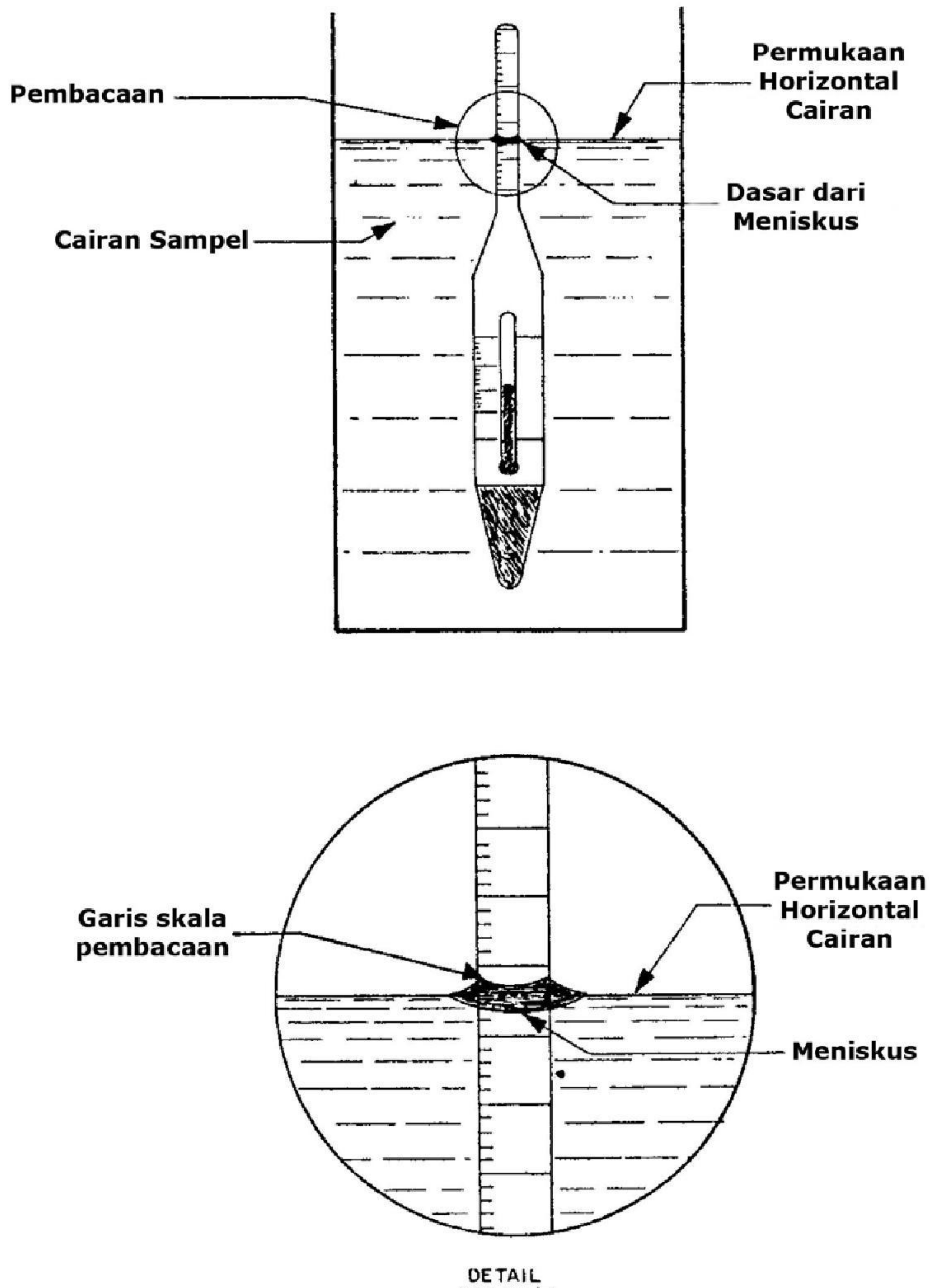
9.13.5.4 Biarkan beberapa saat, sampai terjadi perpindahan panas dalam percontoh, sehingga mencapai keseimbangan dan stabil.

9.13.5.5 Baca densitas pada hidrometer pada temperatur tersebut.

9.13.5.6 Lihat Gambar 2 dan 3 untuk cara melihat beberapa densitas pada percontoh tersebut, maka ikuti prosedur yang terlihat pada gambar berikut ini.



Gambar 2 - Pembacaan skala hidrometer untuk cairan tembus cahaya



Gambar 3 - Pembacaan skala hidrometer untuk cairan tidak tembus cahaya

9.14 Metode penentuan angka setana

9.14.1 Metode penentuan angka setana minyak nabati murni

9.14.1.1 Ruang lingkup

Metode ini meliputi penentuan angka setana dari bahan bakar diesel menggunakan mesin diesel standar satu silinder, 4 langkah, injeksi tidak langsung, dan rasio kompresi yang bervariasi. Rentang skala angka setana dari 0 sampai 100, tetapi pengujian angka setana biasanya dalam rentang 30 sampai 65.

9.14.1.2 Definisi

9.14.1.2.1 Angka setana adalah ukuran unjuk kerja pembakaran bahan bakar diesel yang diperoleh dengan membandingkannya dengan bahan bakar referensi/standar pada mesin uji standar.

9.14.1.2.2 Rasio kompresi adalah perbandingan volume ruang bakar termasuk ruang pembakaran awal pada saat piston berada pada titik mati bawah dengan volume ruang bakar tersebut pada saat piston berada pada titik mati atas.

9.14.1.2.3 *Ignition delay*/penyalan tunda adalah waktu periode dinyatakan dalam derajat sudut engkol antara bahan bakar mulai diinjeksikan dan mulai terbakar.

9.14.1.2.4 Setana meter adalah instrumen elektrik yang menunjukkan waktu injeksi bahan bakar dan penyalan tunda dengan menerima impuls dari transduser.

9.14.1.3 Prinsip

Angka setana bahan bakar diesel ditentukan dengan membandingkan karakteristik pembakarannya pada mesin uji dengan karakteristik campuran bahan bakar referensi/standar yang telah ditentukan angka setananya pada kondisi operasi standar. Hal ini dipenuhi dengan menggunakan prosedur pembatasan "*handwheel*" yang mengubah-ubah rasio kompresi (pembacaan "*handwheel*") bahan bakar percontoh dan masing-masing bahan bakar referensi untuk mendapatkan penyalan tunda spesifik dengan menginterpolasi angka setana berdasarkan pembacaan skala pada "*handwheel*".

9.14.1.4 Peralatan

9.14.1.4.1 Mesin CFR F.5 : Unit penguji angka setana terdiri dari mesin silinder tunggal yang terdiri dari *crankcase* standar, sistem pompa bahan bakar, silinder dengan jenis *head precombustion chamber* dan dilengkapi dengan instrumen-instrumen pengukuran seperti temperatur, temperatur oil, dan waktu injeksi bahan bakar.

9.14.1.4.2 Gelas ukur, digunakan untuk membuat campuran bahan bakar pembanding dengan kapasitas 1 000 ml.

9.14.1.5 Bahan

9.14.1.5.1 n-Setana (n-Heksadekana) dengan kemurnian minimum 99,0% digunakan sebagai komponen acuan berangka setana 100.

9.14.1.5.2 Heptamethylnonane dengan kemurnian 98,0%, digunakan sebagai komponen acuan berangka setana 15.

9.14.1.5.3 Bahan bakar T, adalah bahan bakar minyak diesel fosil dengan angka setana rata-rata CN_{ARV} berkisar 73-75.

9.14.1.5.4 Bahan bakar U, adalah bahan bakar minyak diesel fosil dengan angka setana rata-rata CN_{ARV} berkisar 20-22.

9.14.1.6 Standardisasi

Angka setana percontoh harus diperoleh pada mesin CFR yang telah distandarisasi. Mesin dikatakan standar apabila hasil uji dari percontoh bahan bakar standar tidak melebihi batas yang diperbolehkan. Bahan bakar standar adalah T dan U dalam komposisi tertentu.

Frekuensi pengecekan/uji standar dilakukan :

9.14.1.6.1 Apabila kondisi standar operasi telah menyimpang.

9.14.1.6.2 Setelah dilakukan pembongkaran ruang bakar mesin (*top overhaul*).

9.14.1.7 Cara kerja

9.14.1.7.1 Kondisi operasi standar

Berikut adalah kondisi operasi standar yang diamati selama pengujian:

9.14.1.7.1.1 Putaran mesin, (900 ± 9) rpm.

9.14.1.7.1.2 Pembukaan katup *intake* $(10,0 \pm 2,5)^\circ$ setelah titik mati atas dan katup pada 34° setelah titik mati bawah.

9.14.1.7.1.3 Pembukaan katup *exhaust* 40° sebelum titik mati bawah pada putaran kedua poros engkol/flywheel, penutupan katup $(15,0 \pm 2,5)^\circ$ setelah titik mati atas pada putaran berikutnya.

9.14.1.7.1.4 Waktu injeksi $13,0^\circ$ sebelum titik mati atas. Tekanan pembukaan nosel injektor, $(10,3 \pm 0,34)$ Mpa atau (1500 ± 50) psi. Laju alir injeksi, $(13,0 \pm 0,2)$ ml/menit atau (60 ± 1) detik per 13,0 mililiter. Temperatur injektor pendingin $(-38 \pm 3)^\circ\text{C}$. Celah katup pada saat dingin:

9.14.1.7.1.4^a Katup *inlet*: 0,007 5 mm (0,004 inci)

9.14.1.7.1.4^b Katup *exhaust* :0,330 nm (0,014 inci)

9.14.1.7.1.5 Celah katup pada saat panas celah katup *intake* maupun *exhaust* ditetapkan pada $(0,20 \pm 0,002 5)$ mm. Tekanan oli : $(172 - 207)$ kPa atau $(25-30)$ psi. Temperatur oli : $(57 \pm 8)^\circ\text{C}$ atau $(135 \pm 15)^\circ\text{F}$. Temperatur pendingin silinder : $(100 \pm 1)^\circ\text{C}$ atau $(212 \pm 3)^\circ\text{F}$. Level cairan pendingin silinder: pada saat panas ± 1 cm dari tanda *LEVEL HOT* pada kondensor pendingin.

9.14.1.7.2 Pengujian

9.14.1.7.2.1 Masukkan percontoh ke dalam tangki bahan bakar, bersihkan tangki bahan bakar, hilangkan udara dari jalur bahan bakar sampai pompa dan posisikan katup pemilihan bahan bakar sehingga mesin beroperasi menggunakan bahan bakar tersebut.

9.14.1.7.2.2 Periksa laju alir bahan bakar dan atur laju alir pada pompa bahan bakar sehingga mendapatkan laju alir 13 mililiter per menit. Ukuran laju alir akhir harus dibuat (60 ± 1) detik. Catat pembacaan laju alir untuk referensi.

9.14.1.7.2.3 Atur waktu injeksi pompa bahan bakar menjadi $(13,0 \pm 0,2)^\circ$.

9.14.1.7.2.4 Atur *handwheel* untuk mendapatkan pembacaan penyalan tunda $(13,0 \pm 0,2)^\circ$ lakukan *setting* terakhir dengan memutar *handwheel* searah jarum jam untuk menghilangkan tendangan pada mekanisme *handwheel* dan potensi kesalahan.

9.14.1.7.2.5 Tunggu (5-10) menit untuk mendapatkan pembacaan injeksi dan penyalan tunda menjadi stabil.

9.14.1.7.2.6 Waktu yang digunakan untuk percontoh dan bahan bakar standar harus konsisten dan tidak lebih dari 3 menit.

9.14.1.7.2.7 Perhatikan dan catat pembacaan *handwheel* sebagai indikasi representatif karakteristik pembakaran percontoh.

9.14.1.7.3 Bahan bakar pembanding I

9.14.1.7.3.1 Buat bahan bakar pembanding I sebanyak (400 atau 500) ml yang terbuat dari campuran bahan bakar referensi/standar (bahan bakar T dan U) yang mendekati atau di bawah perkiraan angka setana percontoh.

9.14.1.7.3.2 Angka setana campuran bahan bakar pembanding ini dapat dilihat pada Tabel hasil pengujian laboratorium yang didapat dari pemasok.

9.14.1.7.3.3 Masukkan ke tangki bahan bakar kedua. Lakukan *flushing* ke sistem jalur bahan bakar seperti yang dilakukan terhadap bahan bakar percontoh.

9.14.1.7.3.4 Lakukan pengaturan dan pengukuran waktu injeksi dan penyalan tunda. Catat hasil pembacaan *handwheel*.

9.14.1.7.4 Bahan bakar pembanding II

9.14.1.7.4.1 Buat bahan bakar pembanding II sebanyak (400 atau 500) ml yang terbuat dari campuran bahan bakar referensi/standar (bahan bakar T dan U) yang mendekati/ di atas perkiraan angka setana percontoh sehingga hasil pembacaan *handwheel* bahan bakar ini mengapit pembacaan *handwheel* percontoh. Perbedaan angka setana dua bahan bakar pembanding ini tidak lebih dari 5,5. Biasanya campuran dengan perbedaan 5 persen volume bahan bakar T akan menghasilkan rentang angka setana sekitar 2,7. Campuran dengan perbedaan 10 persen volume bahan bakar T akan menghasilkan rentang angka setana sekitar 5,3.

9.14.1.7.4.2 Masukkan bahan bakar ini ke tangki ketiga. Lakukan *flushing* ke sistem jalur bahan bakar seperti yang dilakukan terhadap bahan bakar percontoh.

9.14.1.7.4.3 Lakukan pengaturan dan pengukuran waktu injeksi dan penyalaan tunda. Catat hasil pembacaan *handwheel*.

9.14.1.7.5 Pengulangan pembacaan/pengujian

Setelah memperoleh hasil pembacaan yang memuaskan dari masing-masing campuran bahan bakar pembanding, lakukan langkah penting untuk mengulang pengujian terhadap bahan bakar pembanding I, percontoh dan bahan bakar pembanding II. Pastikan pemeriksaan dengan seksama setiap parameter dan pastikan pengujian telah mencapai keseimbangan sebelum membaca skala *handwheel*. Urutan pergantian bahan bakar dijelaskan pada Gambar 4, urutan pembacaan *handwheel* A percontoh dan bahan bakar pembanding.

Jika percontoh diuji sesudah pengujian bahan bakar pembanding II, pembacaan *handwheel* untuk bahan bakar pembanding dapat digunakan untuk percontoh yang lain. Urutan pergantian bahan bakar dijelaskan pada Gambar 5, urutan pembacaan *handwheel* B percontoh dan bahan bakar pembanding.

9.14.1.7.6 Perhitungan

9.14.1.7.6.1 Hitung rata-rata pembacaan *handwheel* percontoh dan masing-masing campuran bahan bakar pembanding, seperti terlihat pada Gambar 6.

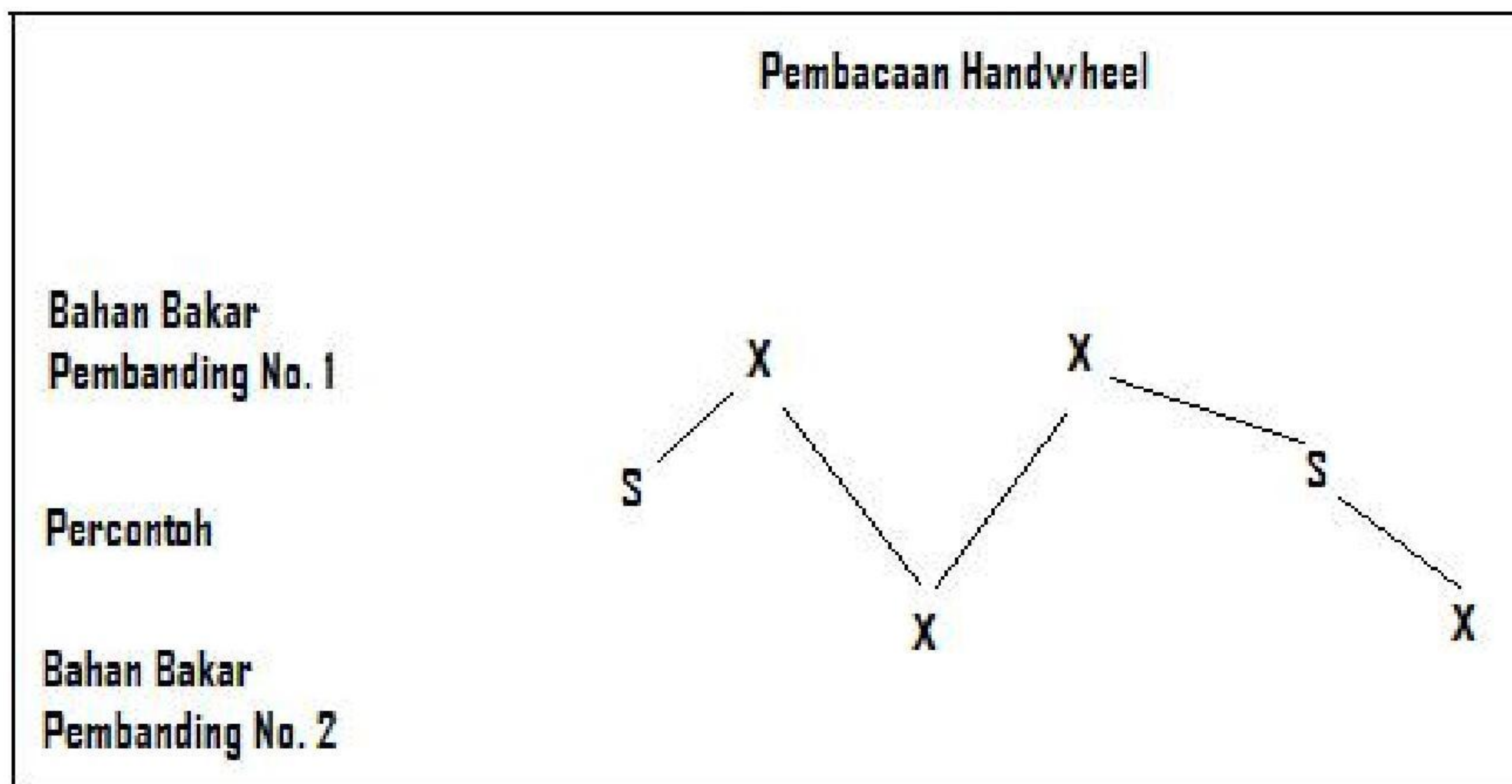
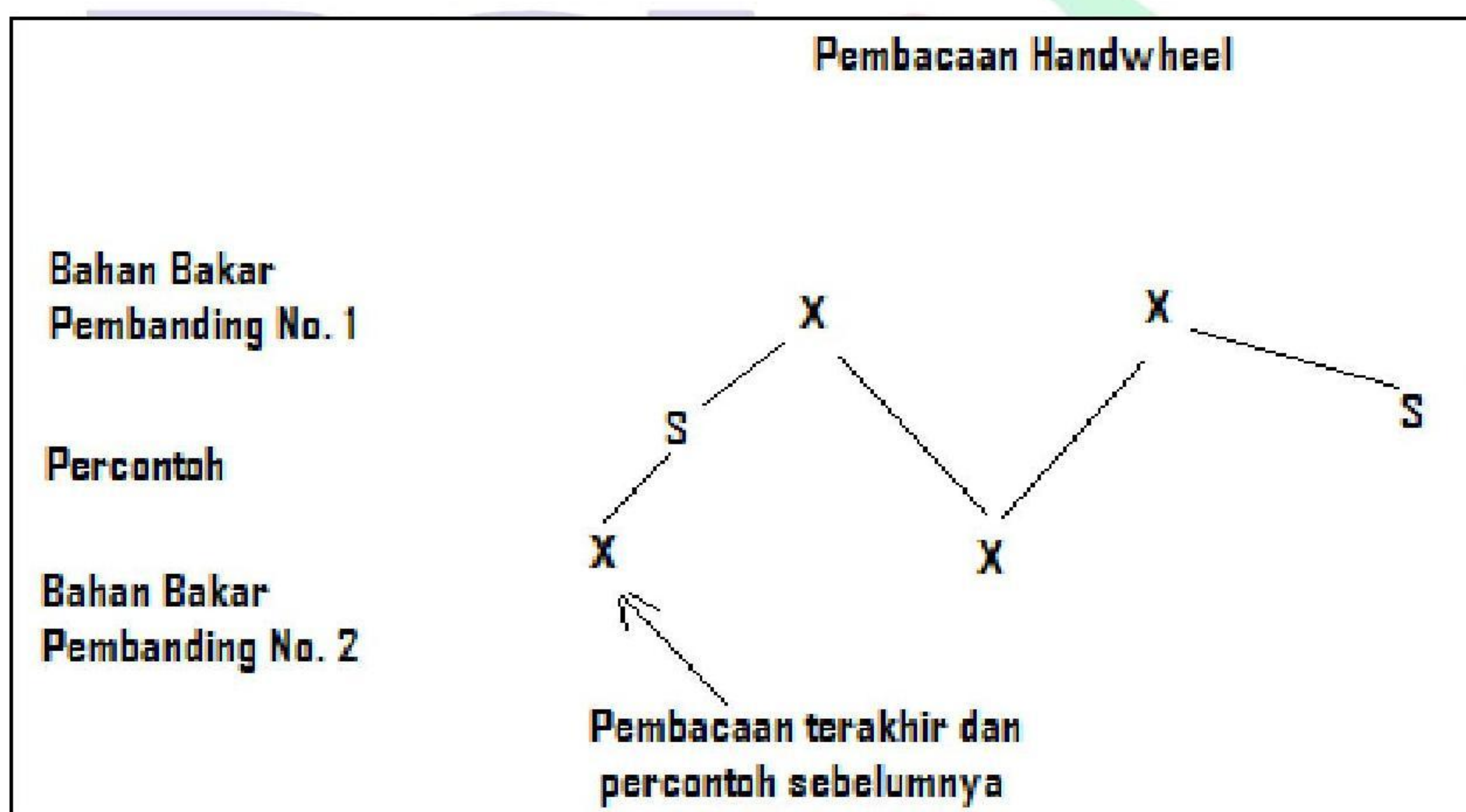
9.14.1.7.6.2 Hitung angka setana dengan menginterpolasi semua pembacaan *handwheel* sesuai dengan formula :

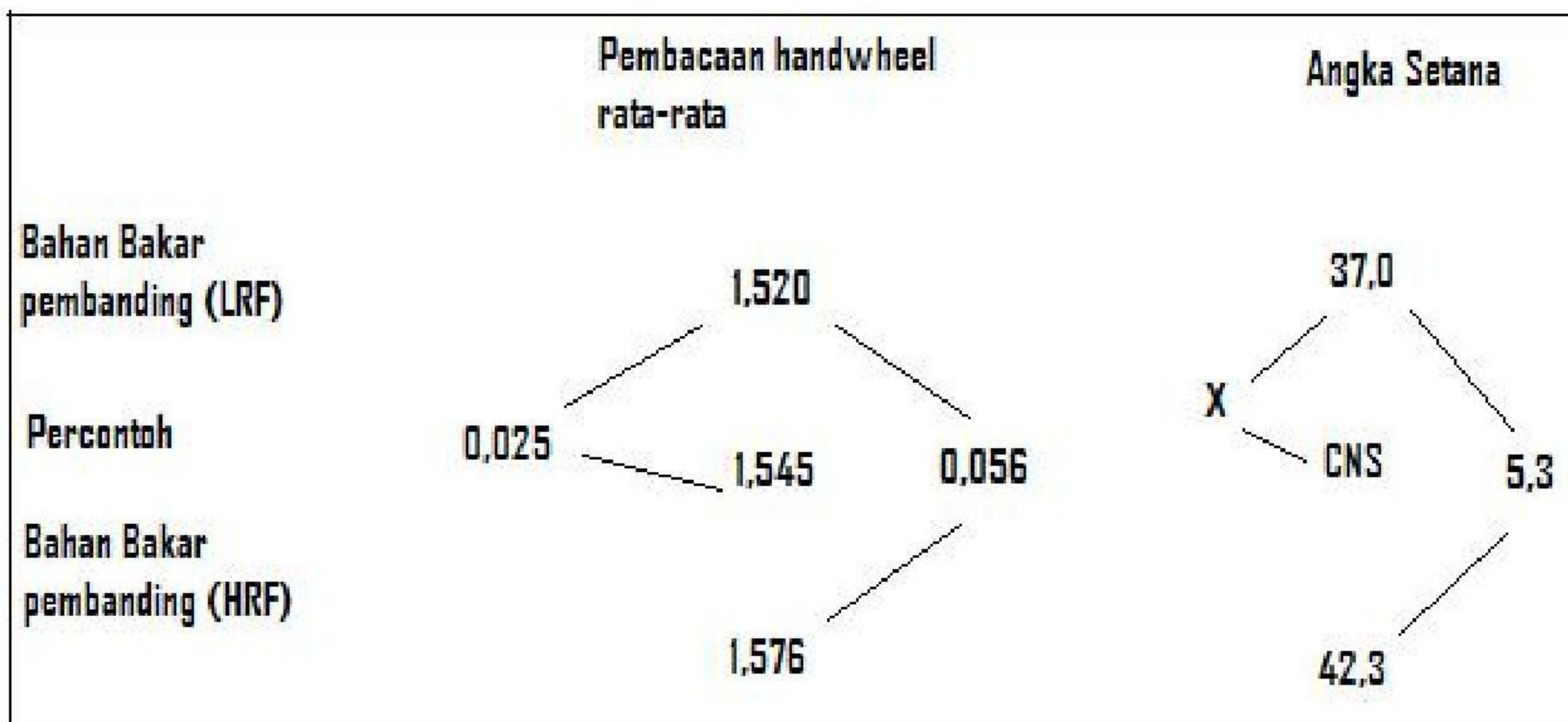
$$CN_S = CN_{LRF} + \left(\frac{HW_S - HW_{LRF}}{HW_{HRF} - HW_{LRF}} \right) (CN_{HRF} - CN_{LRF})$$

Keterangan:

CN _S	adalah angka setana percontoh;
CN _{LRF}	adalah angka setana bahan bakar pembanding berangka setana rendah;
CN _{HRF}	adalah angka setana bahan bakar pembanding berangka setana tinggi;
HW _S	adalah pembacaan <i>handwheel</i> percontoh;
HW _{LRF}	adalah pembacaan <i>handwheel</i> bahan bakar pembanding berangka setana rendah;
HW _{HRF}	adalah pembacaan <i>handwheel</i> bahan bakar pembanding berangka setana tinggi.

9.14.1.7.6.3 Pembulatan sampai satu desimal (satuan angka di belakang koma). Untuk angka setana yang didapat dengan angka 5 pada desimal kedua dibulatkan ke nilai atas. percontoh 35,55 dibulatkan menjadi 35,6.

Gambar 4 - Pembacaan *handwheel* A percontoh dan bahan bakar pembandingGambar 5 - Pembacaan *handwheel* B percontoh dan bahan bakar pembanding

Gambar 6 - Pembacaan *handwheel* rata-rata

CONTOH Perhitungan angka setana:

$$CN_S = 37,0 + \left(\frac{1,545 - 1,520}{1,576 - 1,520} \right) (42,3 - 37,0)$$

$$CN_S = 37,0 + (0,446)(5,3)$$

$$CN_S = 39,4$$

9.14.1.7.7 Laporan hasil uji

9.14.1.7.7.1 Pelaporan

- Laporkan angka setana dari percontoh yang sudah diuji sesuai dengan ASTM D 613.
- Laporan hasil uji dibuat sesuai dengan instruksi kerja penulisan laporan hasil uji.

9.14.1.7.7.2 Ketelitian / presisi

Ketelitian metode uji ini untuk percontoh adalah sebagai berikut : Repitibilitas : Perbedaan antara dua hasil pengujian yang diperoleh dari pengujian percontoh yang sama, dikerjakan oleh penguji yang sama, dengan alat yang sama, pada kondisi kerja sekonstan mungkin dan dalam waktu yang berdekatan.

9.14.2 Metode penentuan angka setana minyak nabati murni secara pembakaran

9.14.2.1 Ringkasan prosedur

Sejumlah minyak nabati murni diinjeksikan ke dalam ruang pembakaran bervolume konstan dan temperatur yang terkontrol yang telah diisi dengan udara tekan dan dipanaskan. Setiap injeksi menghasilkan *single-shot*, siklus pembakaran. *Ignition delay* (ID) ditentukan menggunakan sensor yang mendeteksi awal injeksi bahan bakar dan awal pembakaran untuk setiap siklus. Rangkaian lengkap terdiri dari 15 siklus awal dan 32 siklus lanjut. Pengukuran ID untuk 32 siklus terakhir adalah rata-rata untuk menghasilkan nilai ID. Sebuah rumus terkait dengan nilai ID untuk angka setana, menghasilkan angka setana turunan.

9.14.2.2 Reagen

Bahan referensi kalibrasi atau *Certified Reference Material (CRM)*.

9.14.2.2.1 N-Heptana, kemurnian 99,5%.

9.14.2.2.2 Metilsikloheksana, kemurnian 99%.

9.14.2.2.3 Standar Uji: N-Heptana, kemurnian 99,5%

9.14.2.2.4 Percontoh kontrol kualitas, minyak diesel fosil yang stabil dan homogen.

9.14.2.2.5 Udara tekan, mengandung 20,9 persen oksigen, kurang dari 0,003 persen hidrokarbon, kurang dari 0,025 persen air.

9.14.2.2.6 Cairan pendingin, campuran 50:50 air dan etilen glikol.

9.14.2.2.7 Anti-beku, larutan berbahan dasar etilen glikol untuk pendingin otomotif komersial.

9.14.2.2.8 Air distilasi.

9.14.2.2.9 Udara tekan untuk penggunaan *actuator*, udara tekan bebas minyak mempunyai kandungan air kurang dari 0,1 persen yang disuplai pada tekanan minimum 1,5 MPa.

9.14.2.2.10 Nitrogen tekan, minimum kemurnian 99,9%.

9.14.2.3 Peralatan

9.14.2.3.1 Unit *combustion analyzer* (Gambar 7), terdiri dari:

9.14.2.3.2 Wadah pembakaran, dengan elemen pemanas elektrik.

9.14.2.3.3 Pompa injeksi pneumatik.

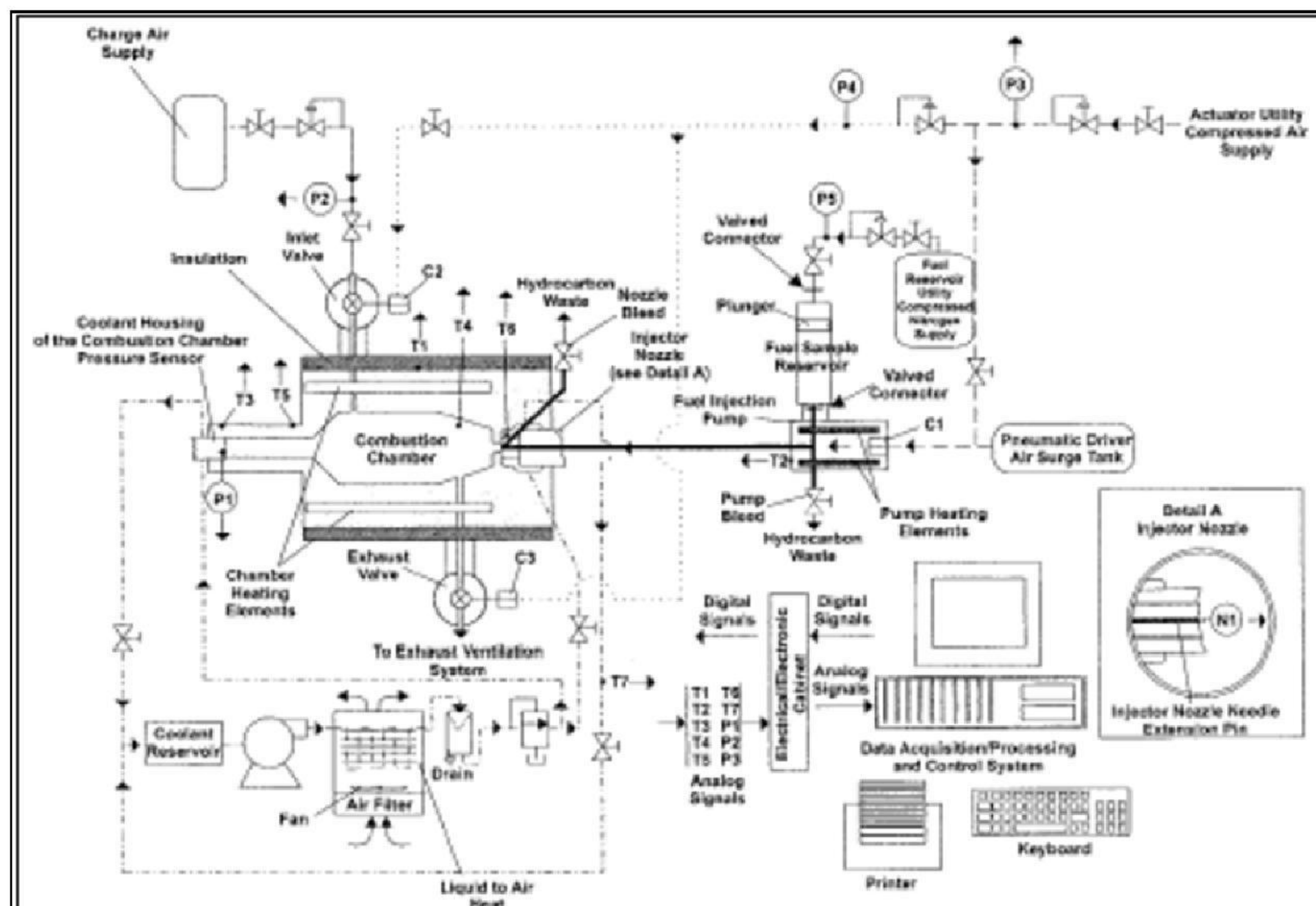
9.14.2.3.4 Sistem pendingin.

9.14.2.3.5 Termokopel temperatur, gauge tekanan dan sensor.

9.14.2.3.6 Kontrol dengan computer.

9.14.2.3.7 *Syringe*.

9.14.2.3.8 Regulator gas bertekanan untuk nitrogen dan udara.



Keterangan gambar:

- | | |
|--|---|
| P1: Combustion Chamber Pressure | T4: Charge Air Temperature |
| P2: Charge Air Pressure | T5: (used for diagnostic function) |
| P3: Injection Actuator Air Pressure | T6: Injector Nozzle Coolant Passage Temp. |
| P4: Inlet/Exhaust Valve Actuator Air Pressure(Gauge) | T7: Coolant Return Temperature |
| P5: Sample Fuel Reservoir Pressure(Gauge) | N1: Injector Nozzle Needle Motion Sensor |
| T1: Combustion Chamber Outer Surface Temperature | C1: Dig. Signal-Fuel Injection Actuator |
| T2: Fuel Injection Pump Temperature | C2: Dig. Signal-Inlet Valve Actuator |
| T3: Combustion Chamber Pressure Sensor Temp. | C3: Dig. Signal-Exhaust Valve Actuator |

Gambar 7 - Unit *combustion analyzer*

9.14.2.4 Preparasi percontohan

9.14.2.4.1 Temperatur percontohan sebelum dibuka kontainernya harus berkisar pada temperatur ruang yaitu (18 – 32) °C.

9.14.2.4.2 Lakukan penyaringan percontohan dengan filter ukuran porositas 3 µm sampai dengan 5 µm.

9.14.2.4.3 Percontohan diambil dari botol atau wadah yang berwarna gelap (coklat).

9.14.2.5 Prosedur pengujian

9.14.2.5.1 Instalasi peralatan sesuai dengan persyaratan yang dibutuhkan.

9.14.2.5.2 Bilas sistem bahan bakar dengan percontohan.

9.14.2.5.3 Isi dan bersihkan system bahan bakar dengan percontohan.

9.14.2.5.4 Mulai pengukuran penyalan lambat dengan perintah komputer yang sesuai dan amati apakah sudah sesuai kondisi operasinya.

9.14.2.5.5 Catat rata-rata penyalan yang lambat ke pendekatan 1 000 untuk menghitung angka setana.

9.14.2.6 Pelaporan

Hitung angka setana dari rata-rata penyalan lambat, ID, dibulatkan hingga ke nilai bulat (tanpa desimal) terdekat, dengan menggunakan rumus :

$$DCN = 4,460 + \frac{186,6}{ID}$$

Keterangan:

DCN adalah angka setana

ID adalah Ignition Delayed, dinyatakan dalam ms

9.14.2.7 Presisi

Repitibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji dari percontoh yang sama, yang dikerjakan oleh penguji yang sama, dengan alat yang sama, pada kondisi kerja sekonstan mungkin dan dalam waktu yang berdekatan. Lihat Tabel 3.

Reprodusibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji dari percontoh yang sama, yang dikerjakan oleh dua orang penguji dari laboratorium yang berbeda dengan metode uji yang sama dan kondisi kerja yang konstan. Lihat Tabel 5.

Tabel 5 - Tabel repitibilitas dan reprodusibilitas untuk ID dan DCN

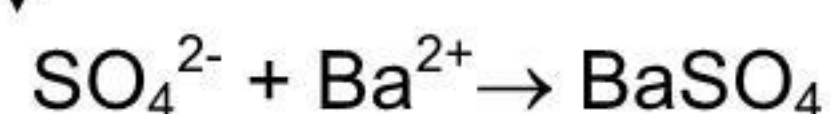
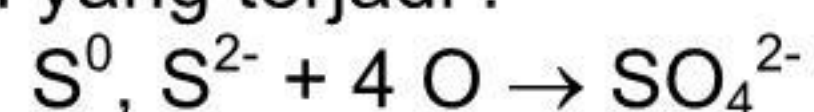
	ID (ms)	DCN
Repeatability (r)	$0,0465 \times (ID - 2,432)$	0,85
Reproducibility (R)	$0,0777 \times (ID - 0,7679)$	$0,0582 \times (DCN + 4)$

9.15 Kadar Belerang

9.15.1 Prinsip

Belorang dan senyawa-senyawannya dioksidasikan dengan larutan $KBr-Br_2-HNO_3$ menjadi sulfat. Larutan $BaCl_2$ ditambahkan ke dalam filtrat dalam suasana HCl sehingga terbentuk endapan $BaSO_4$, kemudian ditetapkan secara gravimetri.

Reaksi yang terjadi :



9.15.2 Peralatan

9.15.2.1 Gelas piala (100, 400 dan 250) ml

9.15.2.2 Corong tangkai panjang \varnothing 11 cm

SNI 7431:2015

9.15.2.3 Cawan porselen

9.15.2.4 Tungku pemanas maksimum 1 200 °C dan pembakar meker

9.15.2.5 Timbangan analitik dengan ketelitian 4 desimal

9.15.2.6 Desikator vakum

9.15.2.7 Kertas saring whatman No. 42

9.15.2.8 Pipet ukur 10 ml

9.15.2.9 Kaca arloji

9.15.2.10 Batang pengaduk berlapis karet

9.15.3 Pereaksi

9.15.3.1 Asam nitrat (HNO_3) p.a

9.15.3.2 Asam klorida (HCl) p.a

9.15.3.3 Larutan kalium bromida-brom (KBr-Br_2)

9.15.3.4 Larutan 160 g KBr dengan akuades secukupnya, aduk sampai larut, tambahkan sambil diaduk 100 ml Br_2 , jadikan larutan menjadi volume 1 000 ml, simpan dalam botol pereaksi berwarna coklat. Simpan larutan menjadi volume 1 000 ml, simpan larutan selama 1 hari sebelum dipakai.

9.15.3.5 Larutan barium klorida (BaCl_2) 10%
Larutkan 10 g barium klorida dengan 100 ml akuades, aduk sampai homogen

9.15.3.6 Larutan perak nitrat 0,1%
Larutkan 0,2 g perak nitrat (AgNO_3) dengan akuades, aduk sampai larut dan masukkan ke dalam botol berwarna coklat

9.15.4 Prosedur uji

9.15.4.1 Timbang dengan teliti (0,2 – 1,0) g percontoh, masukkan ke dalam gelas piala 250 ml.

9.15.4.2 Tambahkan akuades pada percontoh, tambahkan (15 – 25) ml larutan campuran KBr-Br_2 , aduk, tutup dengan kaca arloji kering, biarkan selama lebih kurang 15 menit.

9.15.4.3 Tambahkan (15 – 25) ml HNO_3 p.a, biarkan selama lebih kurang 15 menit, panaskan perlahan-lahan sambil di tutup sampai asap brom keluar, buka penutupnya kemudian panaskan sampai kering.

9.15.4.4 Tambahkan 10 ml HCl p.a, panaskan lagi sampai kering.

9.15.4.5 Tambahkan 4 ml HCl p.a dan 100 ml akuades panas. Bila contoh mengandung Pb, tambahkan larutan amonium asetat pekat.

9.15.4.6 Panaskan larutan sampai garam larut, saring dan tampung larutan ke dalam gelas piala 400 ml, bilas dan cuci endapan dan gelas piala dengan akuades panas sampai bersih.

9.15.4.7 Didihkan larutan, kemudian tambahkan lebih kurang 10 ml larutan BaCl_2 10% panas dengan perlahan sambil diaduk, lanjutkan pemanasan di atas penangas air minimum 1 jam atau biarkan mengendap selama 1 malam.

9.15.4.8 Saring endapan dengan kertas saring whatman No. 42 atau yang sejenis, bilas dan bersihkan endapan yang menempel pada gelas piala dengan batang pengaduk yang berlapis karet (*policemen*) dan cuci endapan sampai bersih dengan akuades panas sampai bebas Cl (uji larutan terakhir dengan larutan AgNO_3).

9.15.4.9 Timbang cawan porselen kosong yang telah dipijarkan (A) dan masukkan kertas saring yang berisi endapan ke dalam cawan tersebut.

9.15.4.10 Panaskan endapan perlahan di atas pembakar sampai menjadi arang, pijarkan di dalam tungku pemanas pada suhu lebih kurang 750°C sampai endapan berwarna putih, dinginkan dalam desikator vakum.

9.15.4.11 Timbang cawan yang berisi endapan BaSO_4 (B) sampai berat tetap atau perbedaan maksimum 0,2 mg dan hitung kadar S total.

9.15.5 Perhitungan

$$\text{Kadar belerang (S) total (\%)} = \frac{B - A}{W} \times f_k \times 100$$

Keterangan :

- A adalah berat cawan kosong, dinyatakan dalam gram (g);
- B adalah berat cawan + endapan setelah pemijaran, dinyatakan dalam gram (g);
- f_k adalah faktor kimia $\text{S/BaSO}_4 = 0,1373$; dan
- W adalah berat contoh, dinyatakan dalam gram (g).

9.15.6 Pelaporan

Pelaporan harus meliputi :

9.15.6.1 Jenis dan jumlah percontoh

9.15.6.2 Asal dan pengirim percontoh

9.15.6.3 Tanggal penerimaan

9.15.6.4 Tanggal selesai

9.15.6.5 Unsur yang diperiksa

9.15.6.6 Nama teknisi

9.15.6.7 Kadar S total dengan ketelitian 2 desimal dalam persen

Bibliografi

ASTM D 2709-96 (2011), *Standard test method for water and sediment in middle distillate fuels by centrifuge*

ASTM D 1796-11e1, *Standard test method for water and sediment in fuels oils by centrifuge method (laboratory procedure)*

ASTM D 664-11a, *Standard test method for acid number of petroleum product by potentiometric titration*

AOCSCd 3d-63, 2009, *Acid Value of Fats and Oils*

AOCS Ca 6a-40, 2011, *Unsaponifiable matter*

AOCS Cd 3-25, 2009, *Saponification value*

ASTM D 974-14e, *Standard test method for Acid Number*

ASTM D 1298-12b, *Standard test method for density, relative density (specific gravity), or API Gravity of crude petroleum and liquid petroleum products by hydrometer method*

SNI 06-0703-1999, *Cara Uji Bobot Jenis, Kerapatan Jenis dan Derajat API minyak bumi dan produk cair minyak bumi dengan hidrometer*

ASTM D 445-06, *Standard test method for kinematic viscosity of transparent and opaque liquids (and calculation of dynamic viscosity)*

ASTM D 93-02, *Standard test method for flash-Point by Pensky-Martens closed cup tester*

SNI 06-4988-1999, *Cara Uji Titik Tuang Produk Minyak Bumi*

ASTM D 130-10, *Standard test method for corrosiveness to copper from petroleum products by copper strip test*

ASTM D 4530-07, *Standard Test Method for Determination of Carbon Residue (Micro Method)*

SNI 06-0706-1999, *Cara Uji Distilasi Produk Minyak Bumi*

ASTM D 874-13a, *Standard test method for sulfated ash from lubricating oils and additives*

ASTM D 5453-12, *Standard Test Method for Determination of Total Sulfur in Light Hydrocarbons, Spark Ignition Engine Fuel, Diesel Engine Fuel, and Engine Oil by Ultraviolet Fluorescence*

ASTM D 1266-13, *Standard Test Method for Sulfur in Petroleum Products (Lamp Method)*

ASTM D 2622-10, *Standard Test Method for Sulfur in Petroleum Products by Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry*

AOCS Ca 12-55, 2009, *Phosphorus (colorimetric)*

AOCS Cd 1-25, 1993, *Iodine value of fats and oils (Wijs method)*

SNI 01-3555-1998, *Cara Uji Minyak dan Lemak*

SNI 13-6591-2001- *Penentuan kadar belerang (S) total contoh mineral dengan pelarutan KBr-Br₂-HNO₃*

SNI 01-2891-1992, *Cara Uji Makanan dan Minuman*

ASTM D 613-10, *Standard Test Method for Cetane Number of Diesel Fuel Oil.*

ASTM D 189-06, *Standard Test Method for Conradson Carbon Residue of Petroleum Products*

ASTM D 6890-12, *Standard Test Method for Determination of Ignition Delay and Derived Cetane Number (DCN) of Diesel Fuel Oils by Combustion in a Constant Volume Chamber*

ASTM D 1298-12b, *Standard Test Method for Density, Relative Density, or API Gravity of Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products by Hydrometer Method*

ASTM D 4052-11, *Standard Test Method for Density, Relative Density, and API Gravity of Liquids by Digital Density Meter*

Paquot., C. IUPAC, *Standard method for analysis of oils, fat and derivatives*, 6th edition, Pergamon, 1979

Gerhard Knothe, Jon Van Gerpen, Jurgenkrahi, *The Biodiesel Handbook*, AOCS PRESS Campaign, Illinois, 2004

Gubitz, G.M. M. Mittelbatch, dan M. Trabi, 1999. *Exploitation of The tropical Oil Seed Plant Jatropha curcas L. Bioresource Technology*, 67, 73-82

Hambali E, et al. 2006. *Jarak pagar : Tanaman Penghasil Biodiesel*. Jakarta : penebar swadaya

Hui, Y. H. 1996. *Bailey's Industrial Oil and Fat Products : Edible oil and Fat Products Processing Technology*. New york. John Wiley & sons, Inc Vol 2

Mittelbach M. Remschmidt C. 2004, *Biodiesel The Comprehensive Handook*, Boersedruck Ges. M.b.H., Viena

Yusoff MSA, Thiagarajan T. 1993, *Refining and Downstreaming Processing of palm and palm Kernel Oil Product Technology*, Kuala Lumpur 81-87

J.G. Theme. *Coconut Oil Processing*, Food and Agriculture Organization of the united nations, Rome, 1968

Keth Owen, Trevor cole. *Automotive Fuels reference Book*, Second Edition, 1995

Dr. William Horwitz, Editor Dr. George W Latimer, Jr. Assistant editor. *Official methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL*, 18th Edition, 2005